

O'zbekiston Respublikasi Sog'liqni saqlash vazirligi



Toshkent farmatsevtika instituti

Farmatsevtik kimyo kafedrasi

**DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI
FANIDAN O'QUV-USLUBIY
MAJMUA**

Bilim sohasi:	500000	-	Sog'liqni saqlash va ijtimoiy ta'minot
Ta'lim sohasi:	510000	-	Sog'liqni saqlash
Ta'lim yo'nalishlari:	5510500	-	Farmatsiya (klinik farmasiya)



Toshkent – 2021

O'zbekiston Respublikasi Sog'liqni saqlash vazirligi

Toshkent farmatsevtika instituti

Farmatsevtik kimyo kafedrasi

**DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI
FANIDAN O'QUV-USLUBIY
MAJMUA**

Bilim sohasi:	500000	-	Sog'liqni saqlash va ijtimoiy ta'minot
Ta'lim sohasi:	510000	-	Sog'liqni saqlash
Ta'lim yo'nalishlari:	5510500	-	Farmatsiya (klinik farmatsiya)

Umumiy o'quv soati:	272	
Jumladan:	7- semester	8- semestr
Ma'ruza:	28	28
Laboratoriya mashg'ulotlari:	70	28
Mustaqil ta'lim soati:	59	59

Toshkent – 2021

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari fanining o'quv uslubiy majmuasi O'zbekiston Respublikasi Sog'liqni saqlash vazirligining 20__yil "___"_____dagi "___" – sonli buyrug'ining ___-ilovasi bilan tasdiqlangan fan dasturi asosida ishlab chiqilgan.

Tuzuvchilar:

Olimov X.Q.	-Farmatsevtik kimyo kafedrası mudiri, farm.f.n., dotsent
Xusainova R.A.	-Farmatsevtik kimyo kafedrası dotsenti, farm.f.d., dotsent
Toshpo'latova A.D.	-Farmatsevtik kimyo kafedrası dotsenti, farm.f.d., dotsent

Taqrizchilar:

D.A. Zulfiqorieva	- Toksikologik kimyo kafedrası dotsenti, farm.f.d., dotsent
M.M. Xamdamov	- MCHJ "Dori vositalarini standartlash Ilmiy Markazi" raxbari, farm.f.n.

Fanning O'quv-uslubiy majmuasi soha uslubiy kengashining
2021 yil 21.06 dagi 11 -son yig'ilishida muhokama qilingan va tasdiqlashga tavsiya etilgan.

Soha uslubiy kengash raisi



Z.O'.Usmonaliyeva

Fanning O'quv-uslubiy majmuasi institut Markaziy uslubiy kengashining
2021 yil 28.06 dagi 11 -son yig'ilishida muhokama qilingan va tasdiqlashga tavsiya etilgan.

Markaziy uslubiy kengash raisi



Z.A.Yuldashev

Fanning O'quv-uslubiy majmuasi institut Kengashining 2021 yil 28 06 dagi 11 -son

Kengash ilmiy kotibi

V.R.Haydarov

MUNDARIJA

I.	O'QUV MATERIALLARI.....	
1.1.	MA'RUZA MASHG'ULOTLARI MATERIALLARI	
1.2.	LABORATORIYA MASHG'ULOTLARI MATERIALLARI	
III.	MUSTAQIL TA'LIM MASHG'ULOTLARI	
IV.	GLOSSARIY	
V.	ILOVALAR	
5.1.	Fan dasturi.....	
5.2.	Ishchi fan dasturi.....	
5.3.	Tarqatma materiallar.....	
5.4.	Testlar.....	
5.5.	Baholash mezonlari.....	
VI.	ADABIYOTLAR RO'YXATI.....	

I. O'QUV MATERIALLARI

1-MA'RUZA. INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI HAQIDA UMUMIY MA'LUMOTLAR VA ULARNING TASNIFLANISHI. DORI MODDASINING QOTISH, SUYUQLANISH, QAYNASH HARORATINI VA ZICHLIGINI ANIQLASH. TITRIMETRIYA.

Ma'ruza rejası:

1. Instrumental tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar va ularning tasniflanishi.
2. Dori moddasining qotish haroratini aniqlash.
3. Dori moddasining suyuqlanish aniqlash.
4. Dori moddasining qaynash haroratini aniqlash.
5. Dori moddasining zichligini aniqlash.

Tayanch soʻz va iboralar: *Instrumental tahlil usullari, qotish harorati, suyuqlanish harorati, qaynash harorati, zichlik, konstanta, inkrement.*

Hozirgi davrda kimyoviy moddalarni shu jumladan dorivor moddalarni kimyoviy tarkiblarini va ularni ichidagi boʻlgan aralashmalarni aniqlashda kimyoviy hamda fizik usullardan foydalanadi. Kimyoviy usullar asosan modda tarkibini kimyoviy reaksiyalar yordamida, fizik usullarda moddalarni fizik xossalari fizik-kimyoviy usullar esa ularni bir vaqtning oʻzida ham kimyoviy ham fizik xussiyatlari asosida tahlil olib boriladi.

Fizik-kimyoviy usullar chet mamlakatlar adabiyotlarida "instrumental" usullar deb yuritiladi, buning asosiy sabablari odatda bu usullarda turli oʻlchov moslamalari va asboblardan foydalaniladi. Yuqorida koʻrsatilgan usullarni hammasi ham tekshiriluvchi moddani biror bir xususiyatini aniqlashga asoslangan. Xar bir tekshiriluvchi modda oʻzining strukturasi tuzilishi jihatidan fizik xamda kimyoviy xususiyatlari bilan boshqa birikmalardan tubdan farq qiladi, yaʼni u oʻziga xos xususiyatlarga ega boʻladi. Masalan: moddalarni nur oʻtkazishi nur yutilishi, xar bir moddani tarkibiga, uning tuzilishiga boʻliqdir. Moddalarni turli erituvchilarda erishi, ularni kristall xolatdagi kristallarni formasi, ularni nur sindirish koʻrsatkichi, qutublangan nurni burish burchagi va shu kabi parametrlari bilan xarakterlanadi. Noʻmalum moddani biror bir xususiyatini oʻrganib, uni maʼlum modda (standart) asosida solishtirib aniqlash mumkin boʻladi. Buning uchun moddani sifatini kimyoviy aniqlashda bir necha analitik reaksiyalar asosida xulosa qilish mumkin boʻladi. Xozirgi vaqtda moddalarni ayrim xususiyatlari ularni aralashmalar orasida individual xolatida aniqlashga ham imkon beradi. Masalan: xinin eritmasining H_2SO_4 kislotali sharoitda fluorissensiyalanishi.

Baʼzi moddalarni qizdirilganda ular oʻzidan maʼlum toʻlqin uzunlikdagi nurni tarqatadi, yaʼni oʻzini borligi haqida signal beradi.

Farmatsevtik tahlillarda dorivor moddalarni koʻpincha moddalar aralashmalari bilan chiqariladi. yaʼni ular suyuqlik, tabletka, surtma dori va xakozo tarkibida boʻladi. Shuning uchun bunday dori moddalarni aniqlashda ularni biron bir fizik, fizik-kimyoviy, kimyoviy xususiyatlarini aniqlash shu dorivor modda tarkibida boʻlgan aralashmalarni xususiyatlari umumlashgan xolatda aniqlaniladi.

Agarda tekshiriluvchi modda miqdori nihoyatda kam boʻlganda, uni biror-bir xususiyati koʻp miqdordagi "yot" modda xususiyatlari orasida aniqlanmay qolishi mumkin. Shunday qilib biz biror dorivor yoki kimyoviy moddalarni aniqlaganimizda moddalarni umumiy signallar yiqindisini aniqlagan boʻlamiz:

$$X = X_f + X_a$$

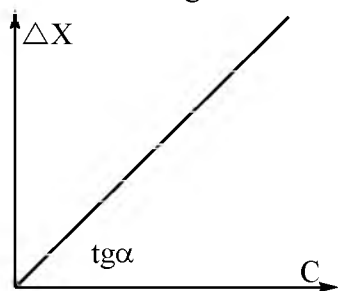
X_a -tekshiriluvchi modda biron-bir xususiyati (signali)

X_f -tekshiriluvchi modda bilan boʻlgan aralashmalarni, tashqi muxitni (signali) biron-bir xususiyati, bunday aralashmalar toza modda uchun qoʻshimcha fon hosil qiladi.

Agarda tekshiriluvchi namunada aniqlanilaetgan modda miqdori koʻp boʻlsa, uni tarkibidagi aralashmalarni biz odatda "yot" moddalar deb yuritimiz, agarda kam boʻlsa shu tekshiriluvchi

moddani o'zi "yot" modda xolatiga o'tadi. Agarda tekshiriluvchi moddaning miqdori 10% dan kam bo'lsa, u xolatda biz uni yuq (sledы) xolatda aniqlagan bo'lamiz.

Yuqorida ko'rsatilgan xolatlarni hammasida ham bizni asosan moddani ma'lum bir hajmdagi eritmadagi yoki gaz aralashmasidagi konsentratsiyasi qiziqtiradi. Odatda modda konsentratsiyasi uning biron bir xususiyati bilan konsentratsiyasi o'rtasida boqliqlik asosida aniqlaniladi. Shunday boqliqlik borligini bilgan xolda, ya'ni moddani biron xususiyatini aniqlash asosida uni konsentratsiyasi ya'ni miqdori aniqlaniladi. Masalan: ishqoriy yot metallarini alangada nur tarqatish intensivligini aniqlab modda konsentratsiyasi aniqlaniladi. Xininni sulfat kislotali sharoitda fluorissensiyalanishi bilan aniqlash modda tarkibi va uni biror bir analitik xususiyati o'rtasida boqliqlik odatda tajriba asosida o'rganilib uni boqliqlik grafigi asosida aniqlanadi. Bunda boqliqlik to'g'ri chiziqlining burchagi X , usul sezgirligini belgilab beradi. Burchak $\text{tg}X$ qancha katta bo'lsa, usul shunchalik sezgir bo'ladi:



$$\text{tg}\alpha = \Delta X/s$$

Moddalarni tahlil qilish usulini tanlashda asosiy mezon bu tanlanayotgan usulni sezgirligi va aniqlik darajasidir.

Bundan tashqari usulni oson qo'llanilishi samaradorlik (proizvoditelnost), oddiyligi, moslamalarni qiymati va xakozolar asosiy omil sifatida xisobga olinadi.

Sezgirlik asosan ishlatilayotgan moslama aniqlay oladigan eng kam modda miqdori bilan belgilanadi. Bunday usulni sezgirligi modda miqdoriga boqliqdur. Aniqlanilayotgan modda miqdori qanchalik kam bo'lsa usulni signali uni tarkibiga kirgan moddalar signali bilan birgalikda aniqlaniladi. Uni sof sezgirligi :

$$X = (X_a + X_f) - X_f$$

Fizik kimyoviy usullarda qo'llaniladigan apparatlar, kuchaytirgichlar va boshqalarda tekshiriluvchi modda signaliga tegishli bo'lmagan qo'shimcha signal belgilari paydo bo'ladi. Bu belgilar X_f kattalikni oshiradi. SHularni e'tiborga olgan xolda X_f kattalikni "kontrol" tajribalar xolda o'tkaziladi. Ba'zan foydali signalni oddiy usul bilan aniqlash mumkin. Masalan: vizual aniqlashda, agarda eritma rangi umumiy fonga nisbatan 2% dan ortiq bo'lsa, (qog'ozda dog'ni ko'rish). Bu misol ko'zni sizgirligini priborlarga nisbatan yaxshiligini bildiradi.

Ko'pchilik xolatlarda aniqlik darajasini orttirish maqsadida turli konsentratsiyadagi eritmalarini aniqlanib:

$$(X_1 + X_f) - (X_2 + X_f) = X_1 - X_2 \quad \text{xolda solishtiriladi.}$$

Odatda farmatsevtik tahlillarda dori aralashmalarini aniqlashda standart (etalon) eritmalaridan foydalaniladi, ya'ni standart eritmalar bilan solishtiriladi.

Fizik-kimyoviy tahlil usullarida modda miqdorini aniqlashda olinadigan natija xatoligini kamaytirish uchun moddani aniqlash sezgirligiga nisbatan 10-15 marotoba katta konsentratsiyada aniqlash lozim bo'ladi.

Fizik-kimyoviy tahlil usullari ichida hozirgi vaqtda eng ko'p qo'llaniladigan usullar:

1. **Optik** – moddalar va ular eritmalarining optik xususiyatlarini o'lchashga asoslangan.
2. **Elektrokimyoviy** – modda eritmalarining elektr xususiyatlari...
3. **Rezonansli** – elektr yoki magnit maydonida moddaning rezonans yutilish holatiga asoslangan.
4. **Radiometrik** – radioaktivlik xususiyatiga asoslangan
5. **Termik** – issiqlik effektlarini (quritish, titrlash kabi) o'lchash
6. **Xromatografik** – ajratishning xromatografik usullari
7. **Mass-spektral** – modda molekularlarining ionlangan parchalanish mahsulotlarining massasini o'lchashga asoslangan
8. **Ultratovushli** – modda eritmalarida ultratovushning tezligini ulchash orkali.

Yuqorida ko'rsatilgan usullar asosan ishlab chiqarishda dorivor moddalarni sifati va miqdorini nazorat qilishda ilmiy ishlarni bajarishda qo'llaniladi. Xozirgi kunda dori turlarini ishlab chiqarish va tahlilini bu usullarsiz tasavvur etib bo'lmaydi. Fizik-kimyoviy usullarni kamchiligi ularni kimyoviy usullarga qaraganda aniqlik darajasi bir oz kamligidir.

Yuqorida aytilganlar asosida kimyoviy usullar o'z mavqeini yo'qotdi degan xulosa chiqmasligi lozim. Bu usullar xar vaqt kimyoviy tahlillarda asosiy bo'lib kelgan, yani bu usullar yordamida moddalarni tarkibi hamda miqdori aniqlangan va aniqlanadi.

Suyuqlanish haroratini aniqlash

Moddaning suyuqlanish harorati deganda suyuqlanishning boshlanishi (erigan moddaning dastlabki tomchisi hosil bo'lishi) bilan suyuqlanishning tugashi (moddaning to'la suyuqlanishi) orasidagi harorat tushuniladi.

Dori moddasining kuzatilgan suyuqlanish harorati uning me'yoriy texnik hujjatda ko'rsatilgan suyuqlanish haroratiga mos kelishi lozim. Aksariyat hollarda suyuqlanish harorati oralig'i 2°C dan ortiq bo'lmasligi talab etiladi.

Suyuqlanishning boshlanish harorati yoki tugashi harorati noaniq bo'lgan taqdirda, suyuqlanishning boshlanishi yoki tugashi harorati aniqlanadi.

Qizdirish jarayonida parchalanib ketadigan moddalar uchun parchalanish harorati aniqlanib, bunda modda suyuqlanganida rangining o'zgarishi yoki ko'pirib ketishi kuzatiladi.

Davlat farmakopeyasining XI nashrida suyuqlanish haroratini aniqlashning 4 xil usuli keltirilgan.

1 - usul: qizdirishga chidamli, oson maydalanadigan qattiq moddalar uchun.

1a- usul: qizdirishga chidamsiz, oson maydalanadigan qattiq moddalar uchun.

2, 3 - usul: oson maydalanib kukun hosil qilmaydigan, yog', mum, parafin, vazelin va smolalar uchun.

1-, 1a- va 2 - usullar bilan suyuqlanish harorati ikki turdagi uskunalar yordamida aniqlanadi.

Birinchi turdagi uskuna 20°C dan 360°C oralig'idagi suyuqlanish haroratini aniqlash uskunasi elektr toki bilan qizdirishga mo'ljallangan PTP pribori deb ataladi, u quyidagi qismlardan iborat (1-rasm):

- 1) boshqaruv shiti va nomogrammi asos;
- 2) shishadan yasalgan qizdirish bloki;
- 3) optik qurilma;
- 4) termometrlar o'rnatiladigan moslama;
- 5) kapillarlar o'rnatiladigan moslama;
- 6) $0,5^{\circ}\text{C}$ dan graduirlangan qisqartirilgan termometr;
- 7) elektr qizdirgichdan iborat qizdirish manbayi;
- 8) uzunligi 20 sm li kapillarlar.

Ikkinchi turdagi uskuna quyidagi qismlardan iborat:

- 1) haroratga chidamli shishadan yasalgan, hajmi 100 ml dan 150 ml gacha, bo'ynining uzunligi 20 sm, diametrik esa 3 – 4,0 sm bo'lgan yumaloq, tubli kolba;
- 2) kolbaning ichiga solinadigan, tubi kolba tubiga 1 sm yetmaydigan, diametrik 2,0 – 2,5 sm, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan probirka;
- 3) $0,5^{\circ}\text{C}$ dan graduirlangan shisha termometr;
- 4) qizdirish manbai (elektr qizdirgich yoki gaz garelkasi);
- 5) kapillarlar.

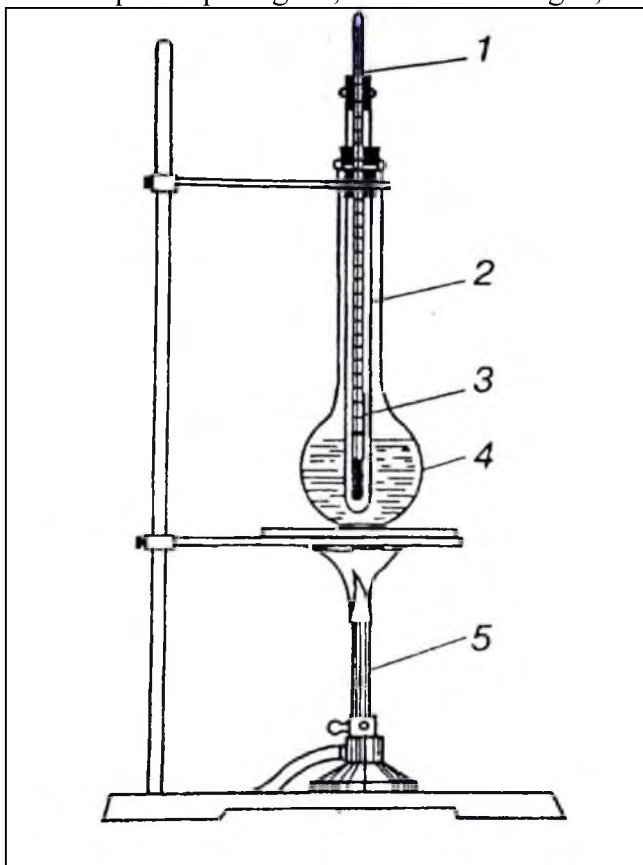
Kolba yumaloq qismining $\frac{3}{4}$ hajmiga suyuqlik bilan to'ldirilib, bu suyuqliklar quyidagilar bo'lishi mumkin:

1. Vazelin moyi yoki siyiq silikonlar.
2. Suyuqlanish harorati 80°C dan 260°C gacha bo'lgan moddalar uchun – konsentrlangan sulfat kislotasi.
3. Suyuqlanish harorati 260°C dan yuqori moddalar uchun – 3 qism kaliy sulfat va 7 qism konsentrlangan sulfat kislotadan iborat aralashma (massa birligida).
4. Tozalangan suv – suyuqlanish harorati 80°C dan past bo'lgan moddalar uchun.

Aniqlash tartibi:

1- va 1a – usul:

Dori modda maydalanib, $100-105^{\circ}\text{C}$ da 2 soat quritiladi yoki sulfat kislota solingan eksikatoroda 24 soat saqlanib quritilgach, bir uchi berkitilgan,



1-rasm. Suyuqlanish haroratini o'lchashga mo'ljallangan qurilma.

1-simobli termometr; 2-haroratga chidamli shishadan yasalgan probirka; 3-aniqlanuvchi modda solingan kapillyar; 4-yumaloq tubli kolba; 5-sindirish manbayi.

diametri 0,9 – 1,0 mm, shishaning qalinligi 0,1 mm dan 0,15 mm gacha bo'lgan kapillarga solinadi.

Bu kapilyarlarning uzunligi PTP uskunasi aniqlash uchun 20 sm, ikkinchi uskunada aniqlash uchun esa 6 – 8 sm bo'lishi lozim. Kapillarga solingan moddaning shibbalanishi uchun bir necha marta vertikal holdagi balandligi 50 sm li shisha naychadan sirti qattiq joyga tushiriladi. Kapillarga joylangan modda qatlamining balandligi 3 mm bo'lib, modda solingan kapillar aniqlashdan avval eksikatoroda saqlanadi.

Ikkinchi usulda ichki probirkasining tubidan 1 sm masofaga termometr joylashtiriladi.

Ikkala uskunada ham dastlab yuqori tezlikda, suyuqlanishga 10°C qolganidan boshlab esa sekinlik bilan qizdiriladi.

Moddaning mo'ljallanayotgan suyuqlanish haroratiga 10°C qolganda uskunaga aniqlanuvchi modda solingan kapillarlar o'rnatiladi. Kapilyarlar tubi termometrdagi simob sharchaning o'rtasida turadigan qilib joylashtiriladi.

1-usul bilan suyuqlanish harorati aniqlanganda, 100°C dan past haroratda suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga $0,5 - 1^{\circ}\text{C}$; 100°C dan 150°C gacha suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga $1 - 1,5^{\circ}\text{C}$ va 150°C dan yuqori suyuqlanish haroratiga ega bo'lgan moddalar uchun esa minutiga $1,5 - 2^{\circ}\text{C}$ tezlik bilan qizdirish tavsiya etiladi.

1a-usulda qizdirish tezligi minutiga $2,5 - 3^{\circ}\text{C}$ etib

belgilangan. Bir necha marta aniqlash natijasida olingan (bir-biridan 1°C dan ko'pga farqlanmaydigan) qiymatlarning o'rtacha arifmetigi moddalarning suyuqlanish harorati deb belgilanadi.

2-usul:

a) yumshoq moddalar uchun: birinchi uskunada uzunligi 20 sm, ikkinchi uskunada esa 6—8 sm, ichki diametri 1—2 mm bo'lgan, ikkala uchi ham berkitilmagan kapillar 10 mm qatlam hosil bo'lguniga qadar aniqlanuvchi moddaga tushiriladi.

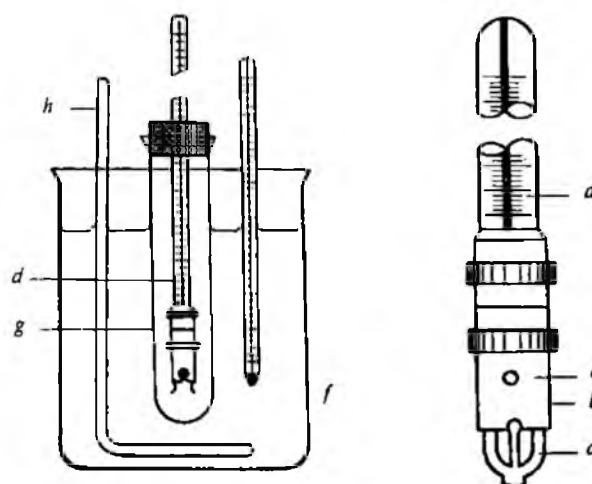
b) qattiq moddalar uchun: aniqlanuvchi modda iloji boricha past haroratda suv hammomida suyultirilgach, kapillarga olinib, 0°C haroratda 2 soatga qoldiriladi.

U yoki bu (a yoki b) tartibda to'ldirilgan kapillarlardagi moddaning suyuqlanish harorati 1-usulda ko'rsatilgan tarzda aniqlanadi.

Modda qatlami suyuqlanib, kapillar bo'ylab ko'tarilganidagi harorat suyuqlanish harorati deb belgilanadi.

3-usul: Bu usulda Ubelloda turidagi termometrdan foydalaniladi (2—rasm).

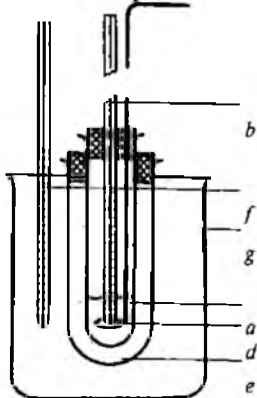
Uskuna aniqlanuvchi modda solinadigan idishcha - a, gilza - b, termometr - d, gilza tirqishi — e, probirka - g, stakan — f, aralashtirgich - h dan iborat. Suyuqlanish harorati aniqlanuvchi modda idishchaga shibbalanib, gilzaning pastki qismiga o'rnatilgach, termometrnining simob sharchasi moddaga o'rnamishi natijasida aniqlanuvchi moddaning ortiqchasi gilza tirqishdan chiqib ketadi. Gilza yaxshilab artilgach, uzunligi 19—21 sm, diametri 4—4,5 sm bo'lgan probirkaning tubidan 2,5 sm yuqoriga o'rnatiladi. Probirka 2/3 qism suv bilan to'latilgan stakanga uning tubidan 2,5 sm yuqoriga vertikal holda mahkamlanib, stakandagi suv aralashtirgich bilan aralashtirib turilgan holda qizdiriladi. Moddaning suyuqlanishiga 15- 20°C qolganida, qizdirish tezligi minutiga 10C ga keltiriladi. Idishcha tirqishi - e dan suyuqlangan moddaning birinchi tomchisi oqib tushgandagi harorat moddaning suyuqlanish harorati deb olinadi.



2-rasm. 3-usul bilan suyuqlanish haroratini aniqlash uskunasi. a-idishcha; b-gilza; d-termometr; e-gilzaning yon tirqishi; g-probirka; f-stakan; h-aralashtirgich.

Dori moddalarning qotish haroratini aniqlash

Moddaning suyuq holatdan qattiq holatga o'tishidagi qisqa vaqt oralig'idagi doimiy, eng yuqori harorat qotish harorati deyiladi.



3-rasm. Qotish haroratini aniqlash uskunasi.

a—devorlari qalin shishadan yasalgan ichki probirka; b—termometr; d— aralashtirgich; e—tashqi probirka; g— stakan; f—stakandagi suyuqlikning haroratini o'lchaydigan termometr.

Qotish harorati aniqlanuvchi uskuna devorlari qalin, ichki diametri 20 ± 1 mm, tiqinli probirka — a, termometr — b, aralashtirgich — d, diametri 35 mm bo'lgan devorlari qalin tashqi probirka - e va 1000 ml hajmli stakan — f dan iborat (3-rasm).

Aniqlash tartibi:

Suyuq agregat holatidagi 10 g aniqlanuvchi modda (modda qattiq bo'lsa, pastroq haroratda suyultirib olinadi) uskunaning ichki probirkasiga solinib, simob sharchasi aniqlanuvchi modda qatlamining o'rtasida turadigan qilib termometr o'rnatiladi. So'ngra probirka modda bilan birgalikda tashqi probirkaga mahkamlanib, harorati kutilayotgan qotish haroratidan 5°C ga past suyuqlik solingan stakanga joylashtiriladi. Aniqlanuvchi moddani aralashtirib turilib, har 30 sekunda harorat kuzatib boriladi. Dastlab haroratning sekinlik bilan pasayishi qattiq faza hosil bo'lgach, ma'lum muddatga doimiy qolishi, so'ng yana pasayishi kuzatiladi. Moddaning qotishi boshlangan dastlabki doimiy harorat belgilanib, qotish harorati deb belgilanadi.

Kutilgan qotish haroratida modda suyuqligicha qolgan taqdirda, u yana $1 - 2^{\circ}\text{C}$ ga sovutilib, aniqlanuvchi moddaning kristall zarrachasini qo'shish orqali qotishga erishiladi.

Moddaning qaynash haroratini aniqlash

Qaynash harorati – moddaning normal bosim ostida 101,325 kPa (760 mm simob ustuni) qaynash boshlanishidagi harorat bilan qaynashning tugashidagi harorat oralig'idir.

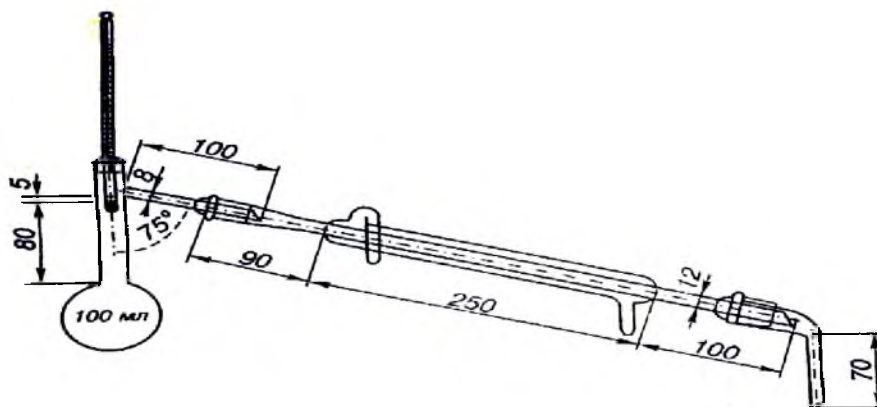
Yig'uvchi kolbaga dastlabki 5 tomchi haydalgandagi harorat qaynashning boshlanish harorati, olingan moddaning 95%i haydalgandagi harorat esa qaynash tugashining harorati hisoblanadi.

Qaynash harorati aniqlanuvchi uskuna quyidagi qismlardan iborat (4 - rasm):

1. Bo'ynining o'rtasidan naycha chiqarilgan, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan, 100 ml hajmli haydash kolbasi.
2. Haroratga chidamli shishadan tayyorlangan sovitgich. Sovitkichdan chiqqan naycha yig'uvchi kolbaga tushirish uchun qayrilgan bo'lishi yoki sovitgich alonj bilan tutashtirilishi mumkin. Qaynash harorati 150°C dan past bo'lgan suyuqliklar suv bilan, 150°C dan yuqori bo'lganlari esa havo yordamida sovitiladi.
3. Yig'uvchi idish sifatida silindr yoki graduirlangan kolba olinadi.
4. 0,5°C dan graduirlangan termometr.
5. O'rtasida diametri 2 – 3 sm tirqishli bo'lgan 12x12 sm o'lchamli, qalinligi 3 mm asbest karton.
6. Kerakli harorat, havfsizlik va haydalish nazoratini ta'minlovchi qizdirish manbayi (gaz gorelkasi, suv hammomi, elektr qizdirgich va h.k.).
7. Haydash kolbasi va sovitgichni mahkamlash uchun ikkita shtativ.

Aniqlash tartibi:

Haydash kolbasiga tiqin yordamida simob sharchasining ustki qismi kolbadan chiqarilgan naychadan 1 sm pastda turadigan tarzda termometr o'rnatilib, shtativga o'rnatilgan asbest karton tirqishini zich berkitiladigan holatda haydash kolbasi qisqich yordamida shtativga mahkamlanadi. Kolbadan chiqqan naycha shlif yoki tiqin yordamida sovitgich esa alonj yordamida yig'uvchi idish bilan tutashtiriladi.



4-rasm. Qaynash haroratini aniqlovchi uskuna

50 ml tekshiriluvchi suyuqlik silindrda o'lchab olinib, voronka yordamida haydash kolbasiga solinadi va kolbaga bir necha bir tomoni kavsharlangan kapillar yoki mayda chinni bo'lagi solinib, alonj yoki sovitgichdan chiqqan naycha 2,5 sm yig'uvchi idishga tushib turadigan holatda o'rnatiladi.

Qizdirish boshlangach, qaynashning boshlanish holati belgilab olinadi va qizdirish minutiga 3 – 4 ml suyuqlik haydaladigan qilib moslanadi. Olingan suyuqlikning 95%i haydalgach, qaynashning tugash harorati aniqlanadi.

Kuzatilgan qaynash harorati formula yordamida normal atmosfera bosimiga qayta hisoblanadi:

$$T_{\text{kuzatilgan}} = T + K (P - P_1)$$

T — kuzatilgan qaynash harorati;

P — normal barometrik bosim (101,3 kPa);

P₁ — tajriba o'tkazilgan muhit barometrik bosimi;

K — bosimning har bir mm simob ustuniga bo'lgan inkrement.

Kuzatilgan qaynash harorati, °C	K ning qiymati
0°C dan past	0,04
100°C dan 140°C gacha	0,045
141°C dan 190°C gacha	0,05
191°C dan 240°C gacha	0,055
240°C dan ko'p	0,06

Ikki ketma-ket aniqlash natijasida kuzatilgan qaynash harorati orasidagi farq 1°C dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Dori moddalarning zichligini aniqlash

Zichlik hajm birligidagi moddaning massasi bo'lib,

$$\rho = m/V$$

formula bilan ifodalanadi. Agar modda massasi grammlarda, hajmi kub santimetrlarda o'lchansa, ρ g/sm³ da ifodalanadi.

Davlat farmakopeyasida zichlikni piknometr yoki areometr yordamida aniqlash tavsiya etilgan.

Aniqlash tartibi:

1-usul. Bu usul yordamida suyuqliklarning zichligini 0,001 aniqlikda o'lchash mumkin.

Toza, quruq piknometr 0,0002 g aniqlikda tortib olinib, voronka yordamida belgisining yuqoriroq qismiga tozalangan suv bilan to'latilib, tiqin bilan berkitilgach, harorati 20°C bo'lgan termostatda 20 minutga qoldiriladi. Piknometrda ortiqcha suv pipetka yoki filtr qog'oz yordamida belgisigacha keltirilib tiqin bilan berkitilgach, yana 10 minutga termostatga qo'yilib, filtr qog'oz bilan yaxshilab artilgach tortiladi.

Piknometrda suv to'kilib, bo'sh piknometr avval spirt, so'ng efir bilan chayilib quritiladi.

Piknometrni qizdirish orqali quritish tavsiya etilmaydi.

So'ng piknometrda tekshiriluvchi suyuqlik solinib, yuqorida ko'rsatilgan ishlar bajarilgach tortiladi.

Moddaning g/sm³ lardagi zichligi formula yordamida hisoblanadi:

$$\rho = \frac{(m_2 - m) \cdot 0,9973}{m_1 - m} + 0,0012$$

m — bo'sh piknometrning grammlardagi massasi;

m₁ — tozalangan suv bilan to'ldirilgan piknometrning grammlardagi massasi;

m₂ — tekshiriluvchi suyuqlik solingan piknometrning massasi;

0,9973 — 20°C dagi suvning zichligi;

0,0012 — 20°C haroratda 101,3 kPa (760 mm sim. ust) barometrik bosimdagi havoning zichligi.

2-usul. Bu usulda suyuqliklarning zichligini 0,01 aniqlikda o'lchash mumkin.

20°C haroratdagi suyuqlik silindrga solinib, unga aniqlanuvchi zichlik kattaligiga mos shkalasi bo'lgan areometr tushiriladi. Areometrning suyuqlikda cho'kib ketmasligiga ishonch hosil qilmaguncha qo'yib yuborilmaydi va u silindr devorlariga hamda tubiga tegib turmasligi kerak. O'lchash 3-4 minutdan so'ng bajarilib, qiymat suyuqlikning pastki meniskidan hisoblanadi.

Uchuvchan eritmalarning zichligi bu usul bilan aniqlanmaydi. Aniqlanuvchi eritma rangli bo'lsa, zichlik qiymati meniskning yuqorisidan hisoblanadi.

3-usul. Bu usul qattiq holdagi yog' va mumlarning zichligini aniqlash uchun qo'llaniladi.

Dastlab bo'sh piknometr aniqlikda tortib olinadi va unga 20°C haroratdagi suv solib, aniqlikda tortiladi.

Suv to'kib yuborilib, piknometr quritilgach, pipetka yordamida qizdirib, eritilgan yog' yoki mum piknometrning 1/3 dan 1/2 qismigacha hajmini egallaydigan miqdorda solinadi. Bir soatga tiqinsiz issiq suv hammomiga qo'yiladi va 20°C gacha sovutilib tortiladi. So'ng yog' yoki mumning ustiga belgisigacha suv solib quruq holgacha artilgach, yana tortiladi. Ikkala fazada va ularning ajralish yuzasida havo pufakchalari bo'lmasligiga e'tibor qaratiladi.

Zichlik quyidagi formula orqali hisoblanadi.

$$\rho_{20} = \frac{(m_2 - m) \cdot 0,9973}{(m_1 + m) - (m + m_3)} + 0,0012$$

m—bo'sh piknometming grammlardagi massasi;

m₁ -tozalangan suv bilan to'ldirilgan piknometning grammlardagi massasi;

m₂— piknometming undagi yog' yoki mum bilan birgalikda grammlardagi massasi;

m₃— piknometming yog' (mum) va suv bilan grammlardagi massasi.

Titrimetrik yoki hajmiy tahlil aniqlanuvchi X modda bilan reaksiyaga kirishishga sarflangan reagent T hajmini (yoki massasini) o'lchashga asoslangan. Boshqacha qilib aytganda titrimetrik tahlil – bu titrlashga asoslangan tahlildir.

Titrlash – T modda eritmasini oz-ozdan X-modda eritmasiga asta sekin, barcha X modda reaksiyaga kirishgan nuqtani oshkor etuvchi belgi namoyon bo'lguncha aralashtirib qo'shib borishdir. Titrlash – X modda bilan stexiometrik nisbatda tasirlashish lahzasigacha ko'shilgan T moddaning miqdorini bilgan holda X moddaning miqdorini topishga imkon beradi.

Titrant – tarkibida fa'ol T reagent bo'lgan, titrlashda ishlatiladigan eritma.

Odatda titrlash amalida, titrantni kalibrlangan byuretkadan, aniqlanuvchi eritma quyilgan titrlash kolbasiga, oz-ozdan qo'sshaboriladi. Titrlash kolbasiga, titrlashdan avval aniqlanuvchi eritmaning alikvota ulushi quyiladi.

Alikvota ulushi (alikvota) – tahlil uchun olingan aniqlanuvchi eritmaning aniq qismi. Odatda alikvota ulush kalibrlangan pipetka vositasida olinib, uning hajmi V_n belgi bilan ko'rsatiladi.

Ekvivalent nuqta (EN) – Titrlash jarayonida qo'shilgan T titrantni titrlanuvchi X moddaga ekvivalent bo'lgan nuqtasi. Stexiometrik nuqta, nazariy so'nggi nuqta E.N. ning sinonimlaridir.

Titrlashni so'nggi nuqtasi (TSN) – titrlanuvchi eritmaning ba'zi xususiyatlari, masalan rangi, sezilarli va keskin o'zgaradigan nuqta. TSN ba'zan ma'lum ma'noda ENga mos keladi, ammo ko'p xollarda farq etadi.

ENDa yoki uning yaqinida sezilarli o'zgarish namoyon etadigan modda *indikator* deyiladi. Ideal holda, indikatorni juda oz konsentratsiyasi kifoya etib bunda indikatorning o'tish oraligida sezilarli miqdorda titrant sarflanmaydi.

Indikator rangini keskin o'zgarishi TSN-ni bildiradi. Indikator rangining ravshanligi, fluoressensiyasi yoki boshqa sezilarli o'zgarishiga sabab bo'luvchi, indikatorning ikki xil shakli nisbatini o'zgartiradigan vodorod, metall yoki boshqa ionlar konsentratsiyalarining oraligi – *indikatorning o'tish oraligi deyiladi*. Bu soha odatda vodorod ionlari konsentratsiyasining manfiy logarifmi ko'rinishida, masalan $rN = -\lg s(H_3O^+)$ ifodalanadi. Oksidlanish-qaytarilish indikatorlari uchun o'tish oraligi tegishli oksidlanish-qaytarilish potentsiallari bilan ifodalanadi.

Qo'shilgan titrant hajmi V(T) ni ENDagi hajmi V(EN) ga nisbati – *titrlanish darajasi f* deyiladi

$$f = V(T)/V(EN)$$

Boshqacha qilib aytganda titrlanish darajasi – bu tahlil etiluvchi eritmadagi titrlangan modda miqdorini uning dastlabki miqdoriga nisbatidir.

Qo'llangan titrant eritmasi konsentratsiyasining tartibi (10^{-x}) masalan 10⁻¹, 10⁻², 10⁻³ va x.o. – titrlash saviyasi deyiladi.

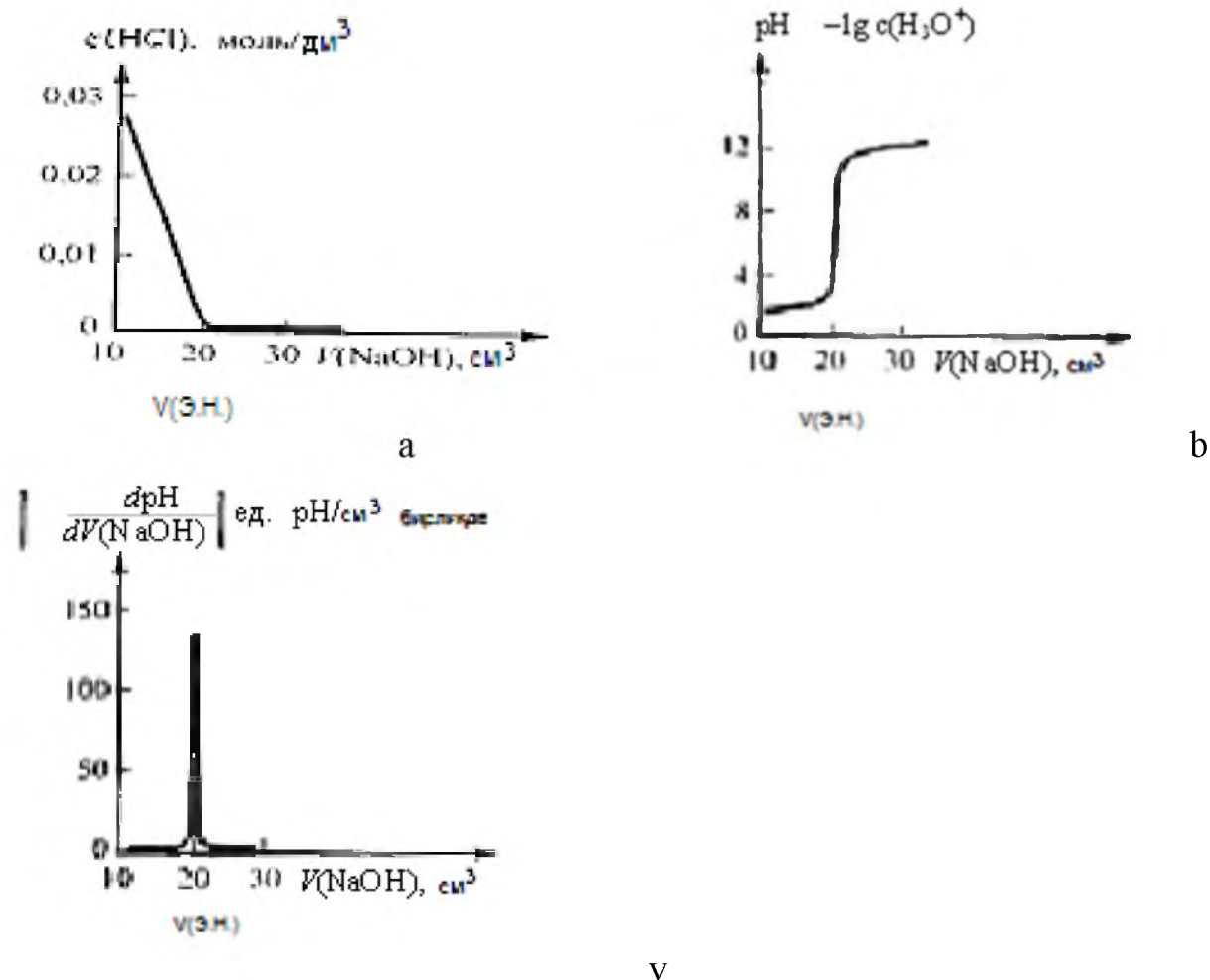
Aniqlanuvchi modda X konsentratsiyasi s(X)ni yoki undan bog'liq bo'lgan eritmaning biror xossasini qo'shilgan titrant hajm V(T)dan bog'lanish grafik tasviri – *titrlash egrisi* deyiladi. s(X)qiymati titrlash davomida bir necha tartibga o'zgaradi, shuning uchun titrlash eg'risi lg s(X) – V(T) koordinatlarida chiziladi.

Absissa o'qiga qo'shilgan titrant hajmi V(T) yoki titrlanish darajasi-f qo'yiladi .

Agar ordinata o'qiga X-ning muvozonat konsentratsiyasi S(X)yoki undan bog'lik biror xossa intensivligi qo'yilsa *chiziqli titrlash eg'risi* xosil bo'ladi.

Ordinata o'qiga lg s(X)yoki s(X)ga bog'liq xossaning logarifmi quyilsa *logarifmik* (yoki monologarifmik) *titrlash eg'risi* xosil buladi.

Titrlash jarayonining o'ziga xos xislatlarini yanada yaqqol belgilash maqsadida, absissa o'qiga qo'shilgan titrant hajmi $V(T)$, ordinataga – (X) konsentratsiya yoki unga bog'liq xossa qo'shilgan titrant hajmi bo'yicha birinchi hosila $d \lg s(X)/dv(X)$ logarifmni qo'yib *differensial titrlash egrisi* chiziladi.



3.1-rasm. 20 sm³ 0,1 m. HCl eritmasini ekvimolyar NaOH eritmasi bilan titrlash egrisini 3 xil ko'rinishi.

a) chiziqli titrlash egrisi, b) logarifmik (integral) titrlash egrisi, v) differensial titrlash egrisi.

Differensial titrlash egrisi odatda fizik-kimiyaviy tahlilda, masalan poten-siometrik titrlashda ishlatiladi. CHizikli titrlash egrisida (3.1 a-rasm) EN titrlanuvchi modda konsentratsiyasi va hajmi o'zgarishi chizig'ining sinish nuqtasiga mos keladi. Titrant asta-sekin qo'shilabo-rilgach titrlanuvchi moddaning konsentratsiyasi 3.1 a-rasmning chap qismida tasvirlangandek kamayaboradi. E.N. da titrlanuvchi moddaning barchasi titrant T bilan reaksiyaga kirishadi. Uning konsentratsiyasi amalda nulgga teng va qo'shilayotgan titrant hajmi oshgani bilan $s(X)$ o'zgarmaydi (3.1 a-rasmning o'ng qismi) va absissa o'qiga mos keladi. Ammo EN yaqinida konsentratsiya keskin (birnecha tartibga) o'zgargani sababli EN va o'tish oraligini aniqlash qiyinlashadi. SHuning uchun vizual (rang o'tishi ko'z bilan baxolanadigan) indikatorlar qo'llanganda chiziqli titrlash egrilari qo'llanmaydi.

Logarifmik titrlash egrisida (3.1 b-rasm) EN dagi konsentratsiyani o'zgarishi keskin – sakrama xolida namoyon bo'ladi. SHuning uchun xam odatda EN va o'tish oraligi (titrlash sakramasini) aniqlashda logarifmik titrlash egrisida foydalaniladi.

Differensial titrlash egrisida (3.1 v-rasm) EN titrlash egrisini maksimumiga tug'ri kelgani sababli E.N. ni aniqlash ishonarli bo'ladi.

Ba'zan, ordinata o'qiga konsentratsiya logarifmi emas, balki unga uzviy bog'langan juft moddalar konsentratsiyalari nisbatining logarifmini qo'yib *bilogarifmik titrlash egrisi* chizishadi.

Ikkala koordinatalarga ham reaksiyada ishtirok etayotgan moddalar konsentratsiyalari logarifmlarini qo'yib chizilgan *konsentratsion logarifmik* titrlash egrisidan ham foydalaniladi.

2-MA'RUZA. ELEKTROKIMYOVIY TAHLIL USULLARI. POTENSIOMETRIYA.NAZARIY ASOSLARI VA DORI VIOSITALARI TAHLILIDA QO'LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Elektrokimyoviy tahlil usullari.
2. Potensiometrik tahlil usullari.
 - a) nazariy asoslari.
 - b) elektrodlar.
 - v) potensiometrik titrlash.
 - g) potensiometrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

Tayanch so'z va iboralar: *Polyarografiya, Kulonometriya, Konduktometriya, Potensiometriya, ionometriya, Oksereduktometriya.*

Elektrokimyoviy usullar.

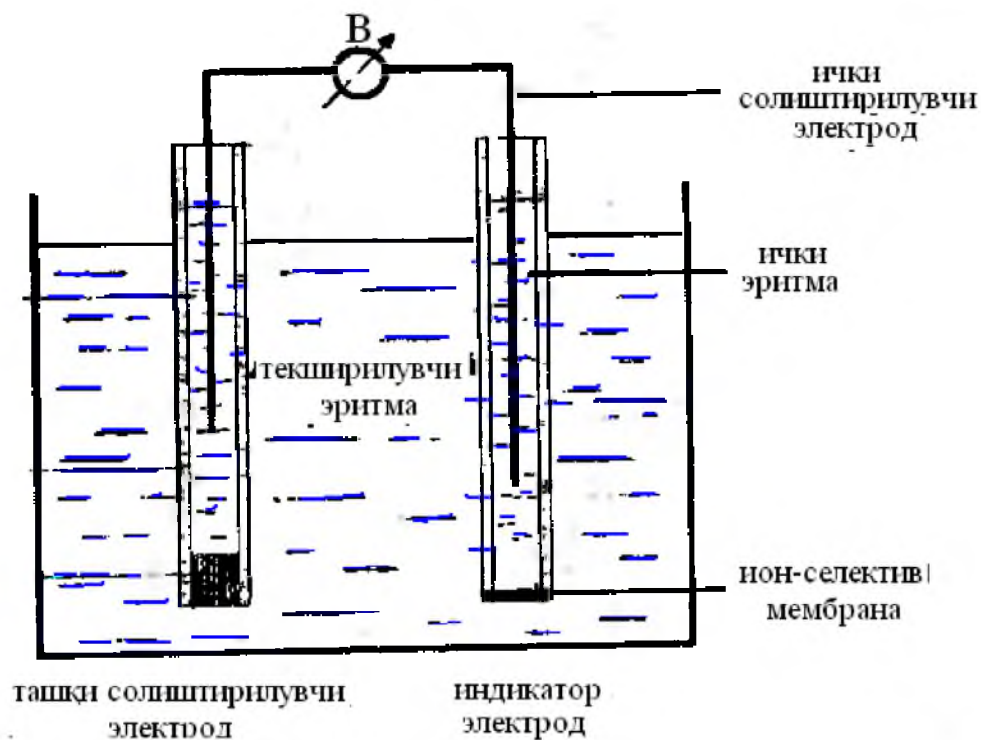
1. **Elektroog'irlik yoki elektroliz usuli** - eritmadan doimiy tok o'tib turganda elektroddan ajralib chiqadigan metal yoki boshqa birikmalarni analitik tarozilarda tortib aniqlanadi. Bunda moddalar elektroliz tufayli ajralib chiqadi.
2. **Polyarografiya usuli** - elektroliz jarayonida hosil bo'ladigan tok kuchi kuchlanishni aniqlashga asoslangan. Bu holda bir elektrod (katod) juda kichik yuzaga ega, boshqasi katta yuzaga ega.
3. **Ampermetrik titrlash** - polyarografik tahlilning bir turi bo'lib, ikki elektrod (katod va anod) indikator va solishtiruvchi modda o'rtasida o'tadigan doimiy kuchlanishdagi diffuzion tokni o'lchashga asoslangan.
4. **Kulonometriya** - doimiy potensialli ma'lum miqdordagi moddani elektroliz qilishga sarf bo'lgan elektrning miqdorini aniqlashga asoslangan. Doimiy potensial ushbu moddadan ajralib chiquvchi potensialga tengdir.
5. **Konduktometriya** - eritma konsentratsiyasi, harorati va tabiatiga bog'liq bo'lgan kimyoviy reaksiya natijasida tekshiriluvchi eritmaning elektr o'tkazuvchanligini aniqlashga asoslangan.
6. **Xronokonduktometrik titrlash** - konduktometrik titrlashning bir turi bo'lib, moddani miqdorini tekshiriluvchi eritmani doimiy tezlikda tugayotgan titantni konduktometrik titrlashga ketgan vaqti bilan topiladi.
7. **Potensiometriya** - tekshiriluvchi eritmaga tushirilgan elektrodning rN – potensial o'zgarishini aniqlashga asoslangan. Bu o'zgarish konsentratsiya va xaroratga bog'liq holda kechadigan kimyoviy reaksiya natijasida amalga oshadi.

Potensiometrik usulni dori moddalarni aniqlashda qo'llanilishi.

Potensiometrik tahlil usuli sanoatning turli sohalarida kimyoviy tahlilini nazorat qilishda va moddalarning miqdorini aniqlashda keng qo'llaniladi. Potensiometriya usuli o'tgan asrdan ma'lum bo'lsada, Daniyalik kimyogar Zersen tomonidan rN haqidagi tushunchani fanga kiritganidan (1909y) so'ng rivojlanib ketdi. Potensiometrik usul bevosita va bilvosita usullarga bo'linadi. Bevosita potensiometriya usulida potensialni belgilovchi moddaning aktivligi elektrod potentsiali asosida aniqlanadi. Bu usul ionlar aktivligini to'g'ridan-to'g'ri aniqlashga imkon beradigan yagona usul hisoblanadi. U quyidagi turlarga bo'linadi: **ph-metriya**-eritmalarining ph qiymati, kislota va asoslarning kislota-asoslik konstantalarini, **ionometriya – ph--metriyaning** rivojlanishi natijasida mustaqil usul sifatida shakllangan zamonoviy usullardan biridir. Bu usulda indikator elektrodi sifatida turli xil ion selektiv elektrodlar qo'llaniladi.

Oksereduktometriya – oksidlanish-qaytarilish reaksiyalari va oksered juftlik potensiallarini tekshirishga asoslangan usul bo'lib, uning yordamida oksered juftlikning standart va real potensiallari, ular yordamida esa turli xil konstantalar, hamda kinetik kattaliklar aniqlanadi. Bevosita potentsiometrik usullar kimyoviy va elektr kimyoviy reaksiyaga qatnashuvchi elektrodlar soni, kimyoviy reaksiyalarning stexiometrik va aktivlik koeffitsientlari kabi ko'rsatkichlarini aniqlash imkonini beradi.

Potensiometriya usulida tekshiriladigan eritmalarga tushirilgan elektrodning potensiallari o'lchanadi. 1898 yilda V.Nernst elektrod potensialining eritmadagi moddalar konsentratsiyasiga bog'liqligini, termodinamik mohiyatini isbotladi. Xozirgi davrda elektrod potentsiali deganda, taqqoslash (asosan, vodorod) elektrod bilan istalgan oksidlanish-qaytarilish yoki boshqa reaksiyaga mos elektrod orasida yuzaga keladigan elektr yurituvchi kuch (EYUK) tushuniladi.



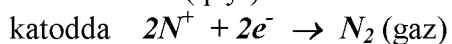
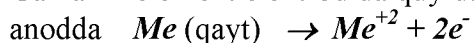
1-rasm. Potensiometrik o'lchashning chizma tuzilishi.

Qo'llanishili: ekologik ahamiyatga ega bo'lgan okean suvlarining pH-ni aniqlash, unda suv tarkibidagi $N_2SO_3 \rightarrow SO_3^{-2} + 2N^+$ ya'ni uglerod oksidini aniqlashga qaratilgan. Ekologik ahamiyatga ega holda kislotali yomg'irlarni tahlil qilishda, unda atmosferada vodorod ionining konsentratsiyasini nazorat qilishda. Sanoatda texnologik jarayonlarni nazorat etishda, ayniqsa sun'iy tolalarni, polimer maxsulotlarni va oziq-ovqat sanoatida pH-muxitini yordamida nazorat amalga oshiriladi.

Biokimyoviy o'zgarishlarni nazoratida, ya'ni biologik suyuqliklarda, to'qimalar orasidagi bo'ladigan o'zgarishlarni nazoratini amalga oshirishda keng qo'llaniladi.

Elektrod potentsiali. Potensiometrik usul modda eritmasi tarkibining elektrod potensialiga bog'liqligini aniqlashga asoslangan. Agar metal plastinkani eritmaga tushirilsa metal - eritma chegarasida elektrod potentsiali paydo bo'ladi. Potensial qiymat eritmaning tarkibi va konsentratsiyasiga (aktivligiga), elektrod tabiatiga, temperaturaga va boshqa faktorlarga bog'liq bo'ladi. Bitta elektrodning potensialini o'lchash mumkin emas, lekin galvanik elementning elektr yurituvchi kuchini (EYUK) o'lchash mumkin.

Galvanik element elektrodida quyidagi yarim reaksiya ketadi:



Agar biror oksidlanish-qaytarilish jufti mavjud bo'lgan eritmaga inert (indifferent) metal elektrodi tushirilgan bo'lsa, shu metal sirtida muayyan tezlik bilan sistemadagi oksidlangan va qaytarilgan moddalar orasida elektronlar almashinuvi kuzatiladi. $O_x + ne \rightleftharpoons Red$

Bir elektrod potentsiali doimiy qiymatida, boshqa elektrod potentsialning nisbiy o'zgarishini EYUK qiymatiga ko'ra aniqlash mumkin. Eritmadagi ionlarning konsentratsiyasiga bog'liq bo'lgan elektrod potentsiali doimiy bo'lgan elektrod-standart elektrod yoki taqqoslash elektrodi deyiladi.

Potensiometrik usul eritmadagi ionlar konsentratsiyasini aniqlash uchun qo'llaniladi (to'g'ri potensiometriya). Uning yordamida vodorod ionlari konsentratsiyasini – ph- – metriya hamda K, Na, Ca va boshqa ionlar konsentratsiyasini (ionometriya) aniqlash mumkin.

Bilvosita potensiometriya usuli qisqacha tarzda potensiometrik titrlash deb yuritiladi. Potensiometrik titrlash usuli kislotasiz, oksidlanish-qaytarilish kompleksini va cho'ktirish reaksiyalari asosida moddalarni aniqlash va tekshirish uchun qo'llaniladi. SHuningdek moddalar konsentratsiyasiga emas, balki ularning turli xil konstantalarini ham aniqlash mumkin. Titrlashning oxirgi nuqtasini ekvivalent nuqtasiga yaqin bo'lganda indikatorli elektrod potentsiali ko'rsatkichi keskin o'zgarishi bilan belgilanadi.

Metal elektrod potentsiali qiymatining eritmadagi ionlar konsentratsiyasiga bog'liqligini **NERNST tenglamasi** bilan ifodalanadi .

$$\varphi = \varphi_{ox/Red}^0 + \frac{RT}{nF} \cdot \lg (C_{Me^+} \cdot f_{Me^+}) \quad (1)$$

Bu erda: φ - metal elektrodda potentsial qiymati.

φ^0 - standart elektrodi oksidlanish - qaytarilish juftining normal potentsiali

R – gaz doimiyligi, 8,314 j /mol;

T – absolyut temperatura

n- reaksiyada qatnashuvchi elektronlar soni

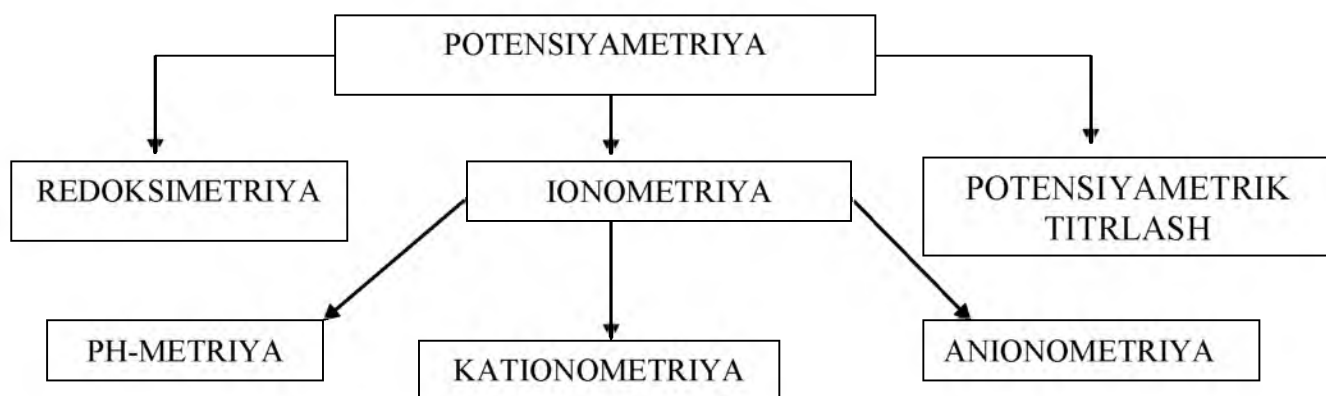
F- faradey soni, 96500 Kl

f_{Me^+} - aktivlik koeffitsienti

S_{Me^+} - eritmadagi metal konsentratsiyasi.

Bunda reaksiyada ishtirok etuvchi moddalar sifatida oksidlovchi, (qaytariluvchi) qaytaruvchi, (vodorod) va boshqa ionlar, erituvchi molekullari, metal, metal oksidi, kam eruvchan birikma, gazlar va h.k. bo'lishi mumkin. Lekin aktivligi doimiy bo'lgan qattiq faza, gazlar va erituvchi molekullari Nernst tenglamasiga bo'ysinmaydi.

Potensiometrik usul yordamida aniqlashning asosiy yo'nalishi quyidagi sxemada keltirilgan:



Suyultirilgan eritmalarda modda aktivlik koeffitsienti birga yaqin, shuning uchun potensiometrik usulida aktivlikni konsentratsiya bilan almashtirish mumkin. Bu uncha xatolikka olib kelmaydi.

Oksidlanish-qaytarilish reaksiyalarida $A_{ox} + ne = A_{red}$ eritmada oksidlangan shakldagi ionlar (A_{ox}) va qaytarilgan shakldagi ionlar (A_{red}) redoksijuftlikni hosil qiladi.

Elektrod potentsialning oksidlovchi va qaytariluvchining konsentratsiyasiga miqdoriy bog'liqligini quyidagi formula orqali ifodalanadi.

$$\varphi = \varphi^{\circ} + \frac{0,059}{n} \cdot \lg \frac{[\text{ox}]}{[\text{red}]} \quad (2)$$

bu erda [ox] – oksidlangan ionlarning konsentratsiyasi.

[red]– qaytarilgan ionlarning konsentratsiyasi.

φ° – redoksi juftlikni standart elektrod potentsiali.

n– elektronlar soni.

Agar oksidlanishda qaytariluvchi reaksiyalarning stexiometrik koeffitsienti birga teng bo'lmasa, ular tenglamaga kerakli konsentratsiyasi darajasining ko'rsatkichi bo'lib, kiradi. Vodorod ioni qatnashgan reaksiyalarda oksidlovchi va qaytariluvchi ionlarning o'zgarishi bilan oksidlangan shakldagi ionlar qaytarilgan shaklga o'tadi. Bunda elektrod potentsiali vodorod ionining konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi. U holda tenglama quyidagicha bo'ladi.

$$\varphi = \varphi^{\circ} + \frac{0,059}{n} \cdot \lg \frac{[\text{ox}]^a [\text{H}^+]^m}{[\text{red}]^b} \quad (3)$$

bu erda **a** va **b** - oksidlovchi va qaytariluvchi uchun stexiometrik koeffitsient

$[\text{H}^+]$ -eritmadagi vodorod ionining konsentratsiyasi.

m- vodorod ioni uchun stexiometrik koeffitsient.

Standart elektrod potentsiali.

Standart elektrodleri sifatida elektrod potentsialini o'lchash uchun mo'ljallanilgan qaytar elektrodlar ishlatiladi: Standart elektrodlar quyidagi talablarga javob beradi:

1. Potensialni belgilovchi elektrodning ichki reaksiyasi termodinamik qaytar bo'lishi kerak.
2. Elektrodning qutblanuvchanligi kam bo'lishi, ya'ni undan elektr toki o'tganda o'z potentsialini nihoyatda kam o'zgartirishi kerak
3. Elektrod uzoq vaqt saqlaganda va turli xil sharoitlarda ham o'z potentsialini o'zgartirmasligi shart.

Standart sharoitda standart vodorod elektrodiga (SVE) nisbatan o'lchangan redoksi juftlikning elektrod potentsiali standart elektrod potentsiali deyiladi va φ_0 bilan belgilanadi (standart holatdagi ionlar potentsiali nolga teng deb olingan).

Turli haroratda va vodorodning 101,325 kPa bosimida standart vodorod potentsiali shartli ravishda nolga tenglashtirilgan. Vodorod elektroni platinaga mayda disperss kukuni qavati bilan qoplangan elektrod bo'lib, uning yuzasida 101,325 kPa bosimda vodorod o'tkazilib turadi.

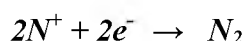
Elektrodlar.

Indikator elektrodlar tekshiriladigan eritmaning elektrod potentsialini o'lchash uchun xizmat qiladi. Elektrod-eritma sirti chegarasida sodir bo'ladigan elektr kimyoviy jarayonning mexanizmiga ko'ra indikator elektrodleri quyidagilarga bo'linadi:

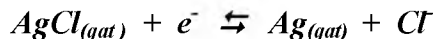
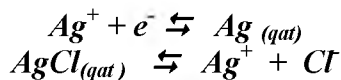
1. Oksidlanish-qaytarilish (oksred) elektrodlar, bunday elektrodlarda elektronlar almashinisi kuzatiladi.
2. Birinchi, ikkinchi va uchinchi tur metal va metalmas elektrodlar, bunday elektrodlarda elektron-ion almashinishi kuzatiladi.
3. Ion selektiv membranali elektrodlar: bunday elektrodlarda ion almashinishi sodir bo'ladi.

Metal indikatorli elektrodlar kumush, platina, simob, qo'rg'oshin va boshqa turli xil metallardan tayyorlanadi. Metal elektrodlar ionlarga sezgir, eritmaga tushurilganda oksidlanish-qaytarilish sistemalarini hosil qiladi. Masalan : $\text{Ag}^+ + e^- \rightleftharpoons \text{Ag}$ sistemasida elektrod potentsiali faqat eritmadagi kation konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi. Bunday elektrodlar ***birinchi turdagi elektrod*** deyiladi. Ularga simobli, kumushli elektrodlar, amalgama guruhidagi elektrodlar va boshqa metal elektrodleri kiradi. Bu turdagi elektrodlar vodorod elektrodleri ham kiradi.

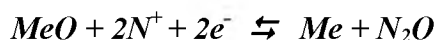
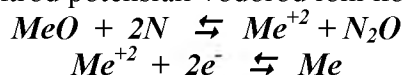
Metalda erigan gaz holdagi vodorod, vodorod ionlari bilan oksidlanish-qaytarilish sistemasi hosil qiladi.



Metall elektrod kationlari bilan kam eriydigan choʻkma hosil qiluvchi anionlarga sezgir elektrodlar ikkinchi turlagi elektrodlariga kiradi. Bu elektrodlar oksidlanish-qaytarilish protsessida qatnashmaydigan ionlar konsentratsiyasining oʻzgarishiga sezgirdir. Masalan: AgCl toʻyingan eritmasida kumush elektrodni xlorid ionini uchun indikatorli elektrod hisoblanadi. Eritmada quyidagi muvozanat hosil boʻladi.

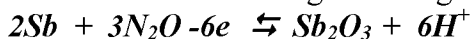


Tenglamadan koʻrinib turibdiki elektrod potentsiali xlorid ionini konsentratsiyasiga bogʻliq. Ikkinchi turdagi elektrodlariga kumush xlorid va kalomel elektrodlar kiradi. Bu elektrodlar guruhiga metal-oksidi elektrodlar, yaʼni metalning shu metalda kam eriydigan oksidi bilan qoplangan elektrodlar ham kiradi. MeO/Me sistemali elektrod potentsiali vodorod ionini konsentratsiyasiga bogʻliq boʻladi.



Kislotali va ishqoriy eritmalarida vodorod ionini konsentratsiyasini aniqlashda surmali Sb₂O₃/Sb elektrodan foydalaniladi.

Surma elektrod vodorod ionining konsentratsiyasini aniqlashda koʻp ishlatiladi. Unda surma Sb₂O₃ ning yupqa qavatini bilan qoplangan. Bu elektrodni eritmaga tushirilganda



elektr kimyoviy reaksiya sodir boʻladi. Bu elektrod kuchli kislotali va ishqoriy muhitda surma elektrodining pH- ni koʻrsatishi metalning oksidlanishi va oksid qavatining erishi natijasida ancha xato boʻladi. SHuning uchun bu elektrod bevosita potensiometriyada ancha cheklangan holda qoʻllaniladigan, biroq u potensiometrlik titrlashda koʻproq ishlatiladi.

Potensiometrlik usul bilan aniqlashda **membrana indikatorli elektrod** qoʻllaniladi. Ular kation va anionlarga yuqori sezgirligi bilan ajralib turadi. Bu elektrodlar 4 ta guruhga boʻlinadi;

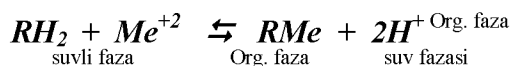
1. shishali membranli elektrodlar,
2. suyuq membranli elektrodlar,
3. qattiq yoki choʻkma hosil qiluvchi membranli elektrodlar,
4. gazga sezgir membranli elektrodlar.

Shishali membranli elektrodlar - ikki turli konsentratsidagi vodorod ionini eritmalarini ajratuvchi yupqa shisha membranli elektrod yuzasida potensial hosil boʻladi. SHisha vodorod ionini qaytaruvchi elektrod vazifasini bajaradi. Eritmada murakkab muvozanat hosil boʻladi: vodorod ionini eritmadan shishaga va natriy yoki litiy ionlarini eritmaga oʻtishi kuzatiladi. Bunday elektrodlar tayyorlash uchun yuqori miqdorda natriy yoki litiy saqlovchi shishalar qoʻllaniladi

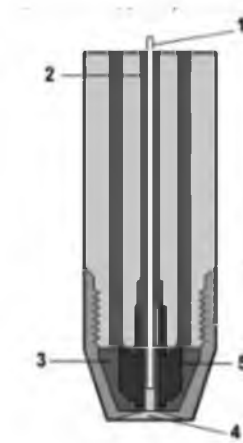
Suyuq membranli elektrod ikkita trubka va gʻovak plastinkali diskdan iborat. Suyuq membrana – yupqa suyuq organik modda bilan qoplangan membrana boʻlib, u suvli eritmalar bilan aralashmaydi va kislota yoki ishqor guruhlari saqlaydi - yaʼni suyuq ionit.

Organik modda g'ovak disk ustiga yupqa qilib o'tkaziladi, bu disk ikki suvli eritmani tekshiriluvchi standart aralashmasiga yordam beradi. Ichki trubkasi Cl da to'yintirilgan tekshiriluvchi kation standart eritmasi bilan to'ldiriladi. Bunga kumush simi tushurilsa Ag/AgCl – taqqoslash elektrodi hosil bo'ladi.

Organik modda bilan ikki zaryadli kation eritmasi spirt yuzasida muvozanat yuzaga keladi.



Sa⁺² ioniga mos suyuq membranali elektrodda ionit sifatida fosfor kislotasining organik efiri ishlatiladi.



2-rasm. Suyuq membranali elektrod

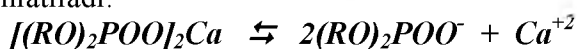
1-ichki solishtiriluvchi elektrod Ag/AgCl

2- suvli eritma, bo'lakcha ichki qismi to'ldirilgan

3- suyuq organik ionalmashinuvchi

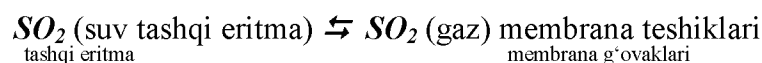
4-organafil membrana

5- membrana prkladkasi



Qattiq membranali elektrodlar ma'lum bir anioni yoki kation saqlaydigan tuzli eritmalaridan tayyorlanadi.

Gazga sezgir membranli elektrodlarda ichki standart eritma bilan tekshiriluvchi eritma yupqa gaz o'tkazuvchi membrana bilan ajratiladi. Bu membrana suvni o'ziga yuqtirmaydigan xossaga ega. Yupqa va juda mayda g'ovaklardan iborat bo'lganligi uchun undan suv va elektrolit o'tolmaydi, uning teshiklari havo yoki boshqa gazlar bilan to'lgan bo'ladi. Membrana g'ovaklari havo yoki boshqa gaz bilan to'ldirilgan membrana bilan eritma ta'sirlanganda erigan gazlar g'ovaklarga o'tadi. Masalan: erigan oltingugurt dioksidi g'ovaklarga gaz holida o'tadi. Bunda quyidagi muvozanat o'rnatiladi:



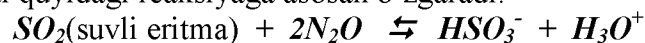
Teshiklar juda ko'p bo'lganligi uchun muvozanat juda tez qaror topadi. Tekshiklardagi SO₂ ichki eritma bilan tutushgan bo'lganligi uchun yangi muvozanat yuzaga keladi:

Bunda keltirilgan



mana shu tartibda o'tadi. Buning natijasida ichki va tashqi eritmalar orasida muvozanat hosil bo'ladi. Bu navbatida ph- o'zgarishiga olib keladigan yangi muvozanatni o'rnatilishiga sabab bo'ladi.

Ichki eritma ph- – sharoiti quyidagi reaksiyaga asosan o'zgaradi.



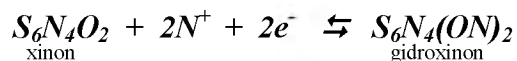
rH – ko'rsatkichini aniqlash uchun ichki eritma solingan idishga indikator va taqqoslash elektrodleri tushuriladi. Indikatorli elektrod potensialini tashqi eritmadagi SO₂ konsentratsiyasi bo'yicha aniqlanadi.

Neytrallanish usulida indikatorli elektrodleri qo'llash.

Eritmalarning ph- – ko'rsatkichini o'lchashda kislota va ishqorlarni potensimetrik titrlashda xingidronli, shishali va surma elektrodleriidan foydalaniladi.

Xingidronli elektrod.

Xingidron S₆N₄O₂ . S₆N₄(ON)₂ – bu xinon va gidroxinonning molekulyar birikmasidir. Xingidron elektrod suvda kam eriydigan va suvga tushirilganda ekvimolekulyar miqdorda xinon vvva gidroxinonga parchalangan xingidronning ishlatilishiga asoslangan. Suvdagi eritmada quyidagi muvozanat bo'ladi.



Oksidlanish-qaytarilish sistemasida hosil bo'lgan potensial

$$\varphi = \varphi_{\text{хин}}^{\circ} + \frac{0,059}{n} \cdot \lg \frac{[\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2] [\text{H}^+]^2}{[\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2]}$$

Xinon va gidroxinon konsentratsiyasi teng bo'lgani uchun shu eritmaga tushirilgan platinali elektrod potentsiali faqat vodorod ionlari (ph-) konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi.

$$\varphi = \varphi_{\text{хин}}^{\circ} + 0,059 \text{ pH}$$

Kuchli oksidlovchi va qaytaruvchilar ishtirokida xingidronli elektrodni ishlatib bo'lmaydi. Ishqoriy sharoitda xingidron oson oksidlanadi, SHuning uchun u ph- 0 dan 8 gacha bo'lgan sharoitlarda qo'llanadi.

Shisha elektrod.

Shisha elektrod – diametri 15-20 mm, devor qalinligi 0,05 – 0,1mm bo'lgan shisha shar bo'lib, ph--ga sezgir shishadan tayyorlangan, qalin trubkaga yopishtirilgan bo'ladi.

Sharli trubka AgCl – eritmasi bilan to'yintirilgan vodorod xlorid eritmasi bilan to'ldirilgan va ichiga kumush simi tushirilgan. Eritma doimiy aktivlangan vodorod ionlarini saqlaydi. Agar ionlarni tekshiriluvchi eritmaga tushurilsa shisha membranani ichki va tashqi yuzalari orasida potentsiallar ayirmasi $\varphi_1 - \varphi_2$ hosil bo'ladi.



Potentsiallar ayirmasining o'zgarishi shishali membrananing ph- -ko'rsatkichiga nisbatan sezgirlikiga bog'liq.

Ichki taqqoslovchi elektrodlar membrananing ichki va tashqi yuzasi orasidagi potentsiallar ayirmasini aniqlashga imkon beradi. Tekshiriluvchi modda potentsiallarini o'lchashda shishali membrananing ichki yuzasi potentsiali doimiy bo'lib qoladi, tashqi yuza potentsiali esa tekshiriluvchi eritmaning ph- – muhitiga bog'liq bo'ladi.

Membrana yuzasi kremniy kislotasining gidrodlangan geli bilan qoplangan bo'lsa, gelning ichki va tashqi qismida diffuzion potentsial yuzaga keladi. Standart va tekshiriluvchi eritmalarining ph- - qiymati bir xil bo'lsa, ichki va tashqi qatlami gel bilan bir xil qoplangan bo'lsa, diffuzion potentsiallari ham teng bo'ladi, lekin belgilari jihatidan qarama-qarshi bo'ladi. Ularning potentsiallari yig'indisi 0 ga teng bo'ladi.

Real sharoitda potentsiallar yig'indisi 0 dan farq qiladi- potentsial assimetriyasi. SHishali elektrod bilan ph- – ni aniq o'lchashga oksidlovchi va qaytariluvchilar xalaqit qilmaydi. SHishali elektrod yordamida ph- 0 dan 12 –13 gacha kislotali va ishqoriy eritmalar bilan ishlash mumkin.

Cho'ktirish va kompleks hosil qilish usullarida indikatorli elektrodning qo'llanilishi.

Bu usullarda kumush va simob elektrodleri ishlatiladi. Eritmada Hg/Hg^{+2} va Ag/Ag^{+} sistemalari hosil bo'ladi. Ag va Hg elektrodlar yordamida kumush, simob ionlarining konsentratsiyasini va Ag^{+} , Hg^{+2} ionlari bilan kam eruvchi tuz yoki komplekslar hosil qiladigan ionlar konsentatsiyasini potentsiometrik usulda o'lchanadi. Agar eritma kam eriydigan tuz eritmasi bilan to'yintirilgan bo'lsa, u holda elektrod potentsiali anion konsentrsiyasiga bog'liq bo'ladi.

$$\varphi = \varphi_{Ag}^o + 0,059 \cdot \lg [Ag^+]$$

Chunki

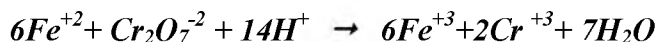
$$[Ag^+] = \frac{EK}{[Cl]}$$

$$\varphi = \varphi_{Ag/Ag}^o + 0,059 \cdot \lg \frac{EK}{[Cl]}$$

Bunday elektrod potentsiali faqat eritmadagi kation konsentratsiyasiga emas, balki kam eriydigan tuz anionining konsentratsiyasiga bog'liqdir. SHuning uchun bu elektrod bilan Cl^- , Br^- , I^- , S^{2-} anionlarini aniqlash mumkin. Bu usul bilan titrlashda platinali elektroddan foydalaniladi.

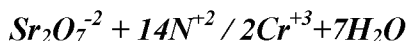
Oksidlanish - qaytarilish usulida indikatorli elektrodlarni qo'llash.

Oksidlanish - qaytarilish titrlanishida platina, palladiy, oltindan tayyorlangan indikatorli elektrodlar qo'llaniladi. Ko'pincha sim, plastinka yoki to'rsimon shakldagi platinali elektrod ishlatiladi. Fe^{+2} eritmasini $K_2Cr_2O_7$ eritmasi bilan titrlanganda



Reaksiyada Fe^{+2} ioni konsentratsiyasi kamayadi, Fe^{+3} ioni konsentratsiyasi ko'payadi. U holda platinali elektrod potentsiali ularning konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi. Ekvivalent nuqtasidan keyin eritmada $Fe(II)$ ioni umuman yo'qoladi. Kaliy dixromatning ortiqcha qismi oksidlanish-qaytarilish sistemasini xosil qiladi.

Titrlanganda platinali elektrod konsentratsiya o'zgarishini darhol sezadi va ekvivalent nuqtasidan keyin shu sistema potentsialiga teng bo'ladi. Indikatorli elektrod potentsialining bir oksidlanish - qaytarilish sistemasidan boshqasiga o'tishda potentsialining keskin o'zgarishi bilan kuzatiladi. Ekvivalent nuqtasiga yaqin bo'lganda potentsialning keskin sakrashi titrlashning oxiriga etganini ko'rsatadi.



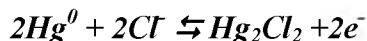
Taqqoslash yoki standart elektrodlar.

Bunday elektrodlarga ikkinchi turdagi elektrodlar kiradi. Masalan: kalomel elektrodi $Hg/Hg_2SO_4/H_2SO_4$ kumush xlorini $Ag/AgCl/NaCl$.

Ba'zi hollarda bu elektrodlar titrlanuvchi eritma ichiga tushuriladi. Bu elektrodlar tekshiriluvchi elementning konsentratsiyasini o'zgarishiga ta'sir qilmaydi. SHuning uchun golvanik elementning EYUK faqat indikatorli elektrod potentsialining o'zgarishiga bog'liq.

Kalomel elektrodi.

Bu ikkinchi turdagi elektrod bo'lib, metal simob va KCl eritmasi kalomelga nisbatan to'yintirilgan. Hg_2Cl_2 eritmadan tashkil topgan. Bunday elektrod potentsiali quyidagi reaksiyalar bilan ifodalanadi.



To'yingan kalomel eritmasi xlorid kaliy ishtirokida simob ionining aktivligi xlor ionnining aktivligi bilan aniqlanadi.

Kumush xlorli elektrod.

Ikkinchi turdagi elektrod bo'lib, shisha va platinali elektrodlar bilan birgalikda taqqoslovchi elektrod bo'lib xisoblanadi.

Potensiometrik titrlash.

Potensiometrik titrlashda reaksiyada qatnashuvchi modda yoki ionlarning konsentratsiyasi xar doim o'zgaradi, shunga asosan indikatorli elektrod potentsiali ham o'zgaradi. Bog'liqlikni grafik tasvirlanganda φ_x ni V ga nisbatan chiziladi.

Agar chizmadagi og'ish burchagi kam bo'lsa ekvivalent nuqtani o'rnatish qiyin bo'ladi. Bu holda $\Delta\phi/\Delta V - \Delta V_1$ (ikki eritma qo'shilgan reagent orasidagi elektrod potensialining o'zgarishi, ΔV_1 - qo'shilgan reagent hajmi) kordinatasida differensial egri chiziq chiziladi. Ekvivalent nuqtasi egri chiziq maksimumiga to'g'ri keladi.

Neytrallash usuli

Neytrallash reaksiyalarida titrlashning egri chiziq chizmasi eritma ph- ko'rsatkichini o'zgarishi reagentning sarflanishiga bog'liqligini ko'rsatadi.

100ml 0,1m xlorid kislotani 0,1m natriy gidroksid eritmasi bilan titrlanganda indikatorli elektrod potensialining o'zgarishini ko'rib chiqamiz.

Xingidron elektrodining potentsiali quyidagi tenglama orqali hisoblanadi

$$\varphi = \varphi^0_{\text{xin}} + 0,059 rN$$

0,1 m kislotaning ph- ko'rsatkichi 1 ga teng. 100 ml 0,1 m xlorid kislota eritmasiga 90 ml 0,1 m ishqor eritmasi qo'shilsa, 90% xlorid kislota neytrallanadi. Agar vodorod ion konsentratsiyasini hajmiga bog'liq emas desak, u holda

$$[N^+] = \frac{(100-90,0) 0,1}{100} = 10^{-2}, rN=2$$

99,0 ml 0,1 m ishqor eritmasi qo'shilganda vodorod ionlari konsentratsiyasi

$$[N^+] = \frac{(100-99,0) 0,1}{100} = 10^{-2}, rN=3$$

100 ml titrlash uchun olingan 0,1 m NSI eritmasiga 100 ml 0,1 m NaOH eritmasi qo'shilganda ekvivalent nuqtada faqat reaksiya natijasida xosil bo'lgan NaSI bo'ladi. NaSI gidrolizlanmagani uchun eritmaning ph- ko'rsatkichi 7 ga teng bo'ladi. NaOH eritmasi qo'shish davom ettirilsa u holda ph- ko'rsatkichi shu ishqor hisobiga o'zgaradi. Masalan 0,1 m NaOH ning 1ml ortiqchasi

$$[ON] = \frac{1,0,1}{100} = 10^{-3}, [N^+] = 10^{-11} rN=11 \text{ bo'ladi}$$

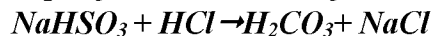
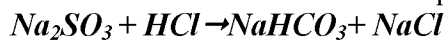
Agar NaOH eritmasidan 10 ml qo'shilsa

$$[ON] = \frac{10,0,1}{100} = 10^{-2}, [N^+] = 10^{-12} rN=12 \text{ bo'ladi}$$

20⁰S temperaturada, xingidron elektrodining potentsialini 0,708 V deb olsak, u holda xar bir titrlashni elektrod potentsiali $\varphi = \varphi^0_{\text{xin}} + 0,059N^+$ formula bilan hamda $\Delta\phi/\Delta V$ NaOH nisbati aniqlanadi.

Misol tariqasida natriy karbonatni titrlashni ko'rib chiqamiz. Na₂SO₃ – kuchsiz kislota va kuchli asos bilan hosil bo'lgan tuzdir. Bu holda vodorod ionining konsentratsiyasini bosqich bilan titrlashni hisoblab olgan holda aniqlanadi.

0,1 m natriy karbonatni 1 m xlorid kislota eritmasi bilan titrlashda quyidagi reaksiya xosil bo'ladi.



Bu erda 2 ta ekvivalent nuqtasi kuzatiladi. Birinchi nuqta NaHCO₃, ikkinchi H₂CO₃ hosil bo'lishiga asoslangan. H₂CO₃ birinchi bosqich uchun dissotsiatsiya konstantasi $K_1 = 4,31 \cdot 10^{-7}$, $rK_1 = 6$, ikkinchi bosqich uchun $K_2 = 5,61 \cdot 10^{-11}$, $rK_2 = 10$.

Natriy karbonat boshlang'ich eritmasining ph- ko'rsatkichi quyidagi formula bilan aniqlanadi.

$$rN = 7 + \frac{1}{2} rK_2 + \frac{1}{2} \lg C_{\text{tuz}}$$

Titrlashning oralig'ida eritmada NaHSO₃ va Na₂SO₃ titrlanmagan qoldig'i ishtirok etadi.

$$rN = rK_2 + \lg \frac{[SO_3^{2-}]}{[NSO_3]}$$

Birinchi ekvivalent nuqtasida eritmaning ph- ko'rsatkichini

$$rN = \frac{rK_1 + rK_2}{2} \text{ formulasi bilan aniqlanadi.}$$

Ikkinchi ekvivalent nuqtasida esa

$$rN = rK_1 + \lg \frac{[NSO_3^-]}{[N_2SO_3]}$$

Ikkinchi ekvivalent nuqtasi natriy korbonatni to'liq N_2SO_3 kislota va NaCl gacha titrlashga to'g'ri keladi.

$$\frac{1}{2} rN + \frac{1}{2} rK_1 + \frac{1}{2} \lg [N_2SO_3]$$

Ekvivalent nuqtadan keyin eritmaning ph- ko'rsatkichi qo'shilgan NSI eritmasining ortiqchasi bilan aniqlanadi. Titrlashning xar bir qismida indikatorli elektrod potensialining o'zgarishi aniqlanadi (hisoblanadi). Natriy korbonat eritmasini NSI eritmasi bilan bosqichma-bosqich titrlanishi kordinatida egri chiziqlar bilan ifodalash mumkin. Potensiometrik titrlash kordinati differensial chizmalash ekvivalent nuqtalari aniq ko'rsatilgan.



Cho'ktirish va kompleks hosil qilish usuli.

Potensiometrik titrlash chizmasini bu usullar uchun ham tuzish mumkin. Kam dissotsialanadigan birikmalar xosil bo'lishini xisobga olgan holda tekshirilayotgan ion konsentratsiyasini aniqlash mumkin. Misol tariqasida kumush ionini cho'ktirish usuli bilan ($AgCl$) potensiometrik titrlashni ko'rib chiqishimiz mumkin.

Kumush indikator elektrod.

$AgNO_3$ eritmasiga NaCl eritmasini qo'shganda $AgCl$ cho'kmaga tushadi. Cho'kmaga tushmay qolgan Ag^+ ionining konsentratsiyasiga eritmasiga qo'shilgan NaCl eritmasining miqdoriga bog'liq bo'ladi. Agar 100 ml 0,1 m $AgNO_3$ eritmasiga 5ml 1m NaCl eritmasini qo'shsak u holda Ag^+ ionining konsentratsiyasiga

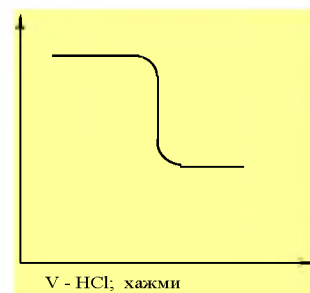
$$[Ag^+] = \frac{(10-5) \cdot 1,0}{100} = 0,05,$$

agar 9 ml NaCl eritmasi qo'shilsa

$$[Ag^+] = \frac{[10-9] \cdot 1,0}{100} = 0,01 \text{ va h.k.}$$

(10ml Ag ionini 1,0 m NaCl eritmasi bilan to'liq cho'ktirish uchun sarflangan eritma miqdori) u holda elektrodlar potentsiallari

$$\begin{aligned} \varphi_1 &= 0,80 + 0,059 \lg 0,05 = 0,80 - 0,075 = 0,725 \text{ V} \\ \varphi_2 &= 0,80 + 0,059 \lg 0,01 = 0,80 - 0,116 = 0,684 \text{ V bo'ladi.} \end{aligned}$$



Ekvivalent nuqtasiga yaqinlashganda Ag^+ konsentratsiyasi $AgCl$ eruvchanligiga asoslanib aniqlanadi va (EK) eruvchanlik ko'rsatkichini aniqlash mumkin.

$$EK_{AgCl} = 1,7 \cdot 10^{-10} \quad EK_{AgCl} = [Ag^+] [Cl^-]$$

$$[Ag^+] = [Cl^-] = \sqrt{1,7 \cdot 10^{-10}} = 1,3 \text{ mol/l}$$

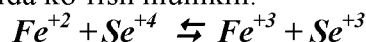
Ekvivalent nuqtasiga elektrod potentsiali

$$\varphi_x = 0,80 + 0,059 \lg \sqrt{1,7 \cdot 10^{-10}} = 0,516 \text{ v ga teng bo'ladi}$$

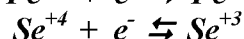
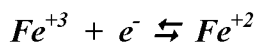
$AgNO_3$ eritmasi NSI eritmasi bilan potensiommetrik titrlash egri chiziqli grafigidan ko'rinib turibdiki ekvivalent nuqtasi yaqinida potentsialning keskin sakrashi kuzatiladi. Bu ko'rsatkich hosil bo'lgan cho'kmaning eruvchanligiga bog'liq bo'ladi. Cho'kmaning eruvchanligi va uning eruvchanlik ko'rsatkichi qancha kichik bo'lsa, ekvivalent nuqtasida potentsialning sakrashi ko'rsatkichi shuncha katta bo'ladi.

Oksidlanish-qaytarilish usuli.

Oksidlanish - qaytarilish reaksiyalarida platinali indikator elektrodining potentsiali oksidlangan va qaytarilgan hollarda konsentratsiyasi nisbatiga bog'liq bo'ladi. Buni temir (II) tuzini seziy (IV) standart eritmasi bilan titrlash misolida ko'rish mumkin.



Bunga asoslanib



Titrlashning turli nuqtasida sistemalarning potentsiali quyidagi tenglamadan aniqlanadi.

$$\varphi = \varphi_{Fe^{+3}/Fe^{+2}}^0 + 0,059 \lg \frac{[Fe^{+3}]}{[Fe^{+2}]}$$

$$\varphi = \varphi_{Ce^{+4}/Ce^{+3}}^0 + 0,059 \lg \frac{[Ce^{+4}]}{[Ce^{+3}]}$$

Ekvivalent nuqtasigacha xos bo'lgan elektrod potentsiali Fe^{+3}/Fe^{+2} sistema uchun NERNST tenglamasidan topiladi, ekvivalent nuqtasidan keyin esa, Se^{+4}/Se^{+3} sistemasi uchun topiladi. Ekvivalent nuqtada quyidagi muvozanat to'g'ri bo'ladi.

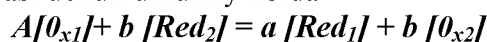
Ekvivalent nuqtadagi potentsial qiymatini topish uchun Fe va Ce sistemalarining potentsiallari qo'shiladi.

$$2\varphi = \varphi_{G'e^{+3}/G'e^{+2}}^0 + \varphi_{Se^{+4}/Se^{+3}}^0 + 0,059 \lg \frac{[G'e^{+3}][Ce^{+4}]}{[G'e^{+2}][Ce^{+3}]}$$

Fe va Ce ionlarining bir xil konsentratsiyasi qisqargandan keyin ekvivalent nuqtada elektrod potentsiali bo'ladi.

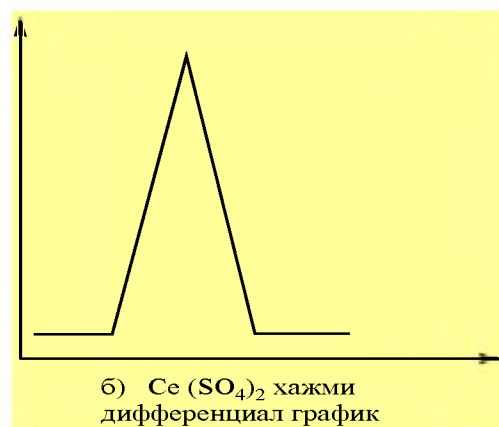
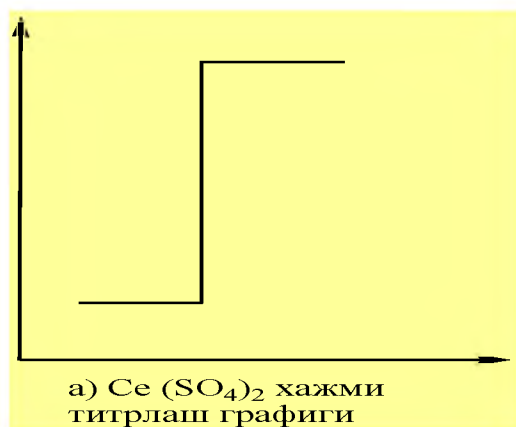
$$\varphi_{ekv} = \frac{\varphi_{Fe^{+3}/Fe^{+2}}^0 + \varphi_{Ce^{+4}/Ce^{+3}}^0}{2}$$

Oksidlanish-qaytarilish reaksiyasi uchun umumiy holda



Ekvivalent nuqtada tenglik xosil bo'ladi.





0,05 m FeSO_4 eritmasining 0,1 m $\text{Se}(\text{SO}_4)_2$ eritmasi bilan titrlash grafigi. a) titrlash grafigi. b) differensial grafik.

Kimyoviy tuzilishiga ko'ra eritmaları aniq rN muhit xarakterlovchi dori moddalar.

№	Moddalar soni	rN
1.	Glyutamin kislotasi	3,1-3,7
2.	Akrixin	3,5-5,0
3.	Adonizid	5,0-6,5
4.	Adrenalin gidro tartarati	3,0-3,8
5.	Amikazol	2,7-3,5
6.	Alikazol surtmasi	4,5-5,5
7.	Anatoksin (difteriyasi)	6,8-7,2
8.	Anatoksin (diferiya va stolbnyakna)	6,8-7,3
9.	Anatoksin (stafilakokka)	7,0-7,2
10.	Anatoksin (stolbnyakka)	6,8-7,2
11.	Aporafin NSI	4,3-5,3
12.	Apressil	3,0-4,0
13.	Benzilpenitsillin natriyli tuzi	5,0-7,5
14.	Kardiotrast 35%	6,8-7,4
15.	Xingalin	3,5-4,5
16.	Xinazol	2,4-3,4
17.	Xlortetratsekin NSI	2,3-3,4
18.	Dikain 1% -eritma	4,5-6,0
19.	Ditilin	5,2-6,3
20.	Gamma-globulin(qizamiqqa qarshi)	7,0-7,5
21.	Papaverin NSI 2% eritma	3,0-4,5
22.	Fenoksimetilpenitsillin	2,4-4,0
23.	Protalin sink-insulin	6,9-7,3
24.	Streptomitsin(sulfat tuzi)	4,5-7,0
25.	Titrotsekin NSI 1% eritma	1,8-2,8
26.	Tialin bromid	2,7-3,4
27.	Tialin xlorid	2,5-3,4
28.	Triertazin	1,7-2,6
29.	Yo'talga qarshi vaksina	7,2-7,6

Saqlanishi davrida eritmasi rN muxiti bo'yicha xarakterlovchi dori moddalar.

№	Moddalar soni	ph-
1	Benzilpenselin kaliyli tuzi	5,5-7,5
2	Siklofosfan	4,3-6,5

3	Tibbiy jelatin	5,0-6,0
4	Glyukoza 5% eritmasi	3,0-4,0
5	Geksametilentetramin 40% eritma	7,8-8,2
6	Kanamitsin monosulfat	7,5-8,5
7	Lantozid	5,5-6,5
8	Nagonin	6,0-7,0
9	Gidrotsitrat natriyli tuzi	4,7-5,0
10	Neomitsin sulfat tuzi	5,0-7,5
11	Nitranol 5% eritma	2,3 kam bo'lmashligi kerak.
12	Noradrenalin gidrotaritrain	3,5-5,0
13	Novaresnol	7,0-7,5
14	Novokainamid	3,8-5,0
15	Oksitetratsiklin digidrat	5,0-7,5
16	Fenatin	1,8-2,4
17	Promedol	5,0-6,0
18	Sulfotsil natriy	8,5—9,5
19	Trixomonatsuid	2,4-3,0

Havo namligi va SO₂ ta'sirida o'zgaruvchan dori moddalar (inekcion eritmalar)

№	Moddalr nomi	ph-
1	Atsekindin 0,2% - ineksiya uchun	4,5-5,5
2	Askarbin kislota 5% ineksiya uchun	6,0-7,0
3	Nikotin kislota 1% ineksiya uchun	
4	Adrenalin gidrotartrat 0,18% inek-ya u-n	3,0-4,0
5	Etazol natriy 10%	7,0-8,5
6	Aminazin 25%	3,5-5,0
7	Aprofen eritmasi	3,7-4,7
8	Tozalangan suv	5,0-6,8
9	Atropin eritmasi	3,0-4,5
10	Bemegrid 0,5% eritmasi	5,0-6,5
11	Benzogeksoniy eritmasi	5,5-7,5
12	Bilignost 20%	6,0-7,5
13	Bilignost	7,0-8,0
14	Kalsiy xlorid 10% eirtmasi	5,5-7,0
15	Kalsiy glukonad 10% eirtmasi	6,0-7,5
16	Karbaxolin eritmasi	5,0-7,0
17	Selonid 0,02% eritmasi	5,6-6,5
18	Kofein benzoat natriy 10% eritm	6,8-8,5
19	Konvallyatoksini 0,03% eritm	6,0-7,0
20	Korazol 10% eritmasi	6,0-8,0
21	Kortikotropin inek-ya u-n	3,0-4,0
22	Sititon eritmasi	7,0-7,5
23	Dikolin 1% eritmasi	4,2-4,9
24	Dimedrol eritmasi	5,0-6,5
25	Diprozin 2,5% eritmasi	3,9-4,9
26	Emetin NSI 1%	4,5-6,0
27	Efedrin NSI 5%	4,5-7,0
28	Ergotal 0,05%	2,0-3,0
29	Erizimin 0,033%	5,7-6,7

30	Eufillin 2,4%	9,0-9,7
31	Novakain 0,5%	3,8-4,5
32	Golantamin NVr	5,0-7,0
33	Insulin inek-ya u-n	3,0-3,5
34	Magniy sulfat 20%	6,2-8,0
35	Metatsin 0,4%	4,0-5,0
36	Natriy arsenat 10%	6,0-7,4
37	Natriy xlorid 0,9% (izotonik eritma	5,0-7,0
38	Natriy tiosulfat 30%	7,8-8,4
39	Nikotinamid 1%	5,0-7,0
40	Omnopon 1%	2,5-3,5
41	Oksilidin 2%	3,8-5,5
42	Prozerin 0,05%	5,9-7,5
43	Adrenolin NSI	3,0-3,5
44	Gramitsidin S-2%	4,0-6,0
45	Tetitsin kalsiyli tuzi	5,0-7,0
46	Strofantin	5,0-6,5
47	Sink insulin amorf suspenziyasi	7,1-7,5
48	Tekodin	2,8-4,0
49	Tripsin	3,0-5,5
50	Vikasol	2,5-3,5

3. MA'RUZA. OPTIK USULLARNING DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLANILISHI. DORI VOSITASINI MIKROSKOPIK USULDA TAHLIL QILISH. POLYARIMETRIK USULDA DORI VOSITASINI TAHLIL QILISH.

Ma'ruza rejasi:

1. Optik usullarning dori vositalar tahlilida qo'llanilishi.
2. Dori vositalarining zarrachalarini mikroskopik usulda tahlil qilish
3. Dori vositasini qutblangan nurni burish ko'rsatkichi bo'yicha polyarimetrik usulda aniqlash.

Tayanch so'z va iboralar: *Optik usul, mikroskopik tahlil, nur burish burchagi, qutblangan nur, polyarimetriya.*

Optika — fizikaning bir bo'limi bo'lib, yorug'likning nurlanishini, uning turli muhitlarda tarqalishi va moddalar bilan o'zaro ta'sirini o'rganadi.

Optik nurlanish elektromagnit to'lqinlar bo'lib shuning uchun optika Elektromagnit maydon haqidagi bilimlarning bir bo'lagidir.

Yorug'lik ikkilamchi xarakterga ega. Bir xil optik ko'rinishlarda u to'lqinsimon xarakterga ega bo'lsa (yorug'lik elektromagnit to'lqin), boshqa xollarda korpuskulyar (yorug'lik zarrachalar oqimi sifatida) xarakterga ega.

Yuqorida keltirilganlardan kelib chiqib optikani quyidagi turlarga bo'lish mumkin:

Geometrik, Uning asosida yorug'lik nurlari yotadi;

To'lqinli, bunda yorug'likning to'lqinsimon xossalari namoyon bo'lgan holatlar o'rganiladi;

Kvant optika, yorug'likning korpuskulyar xossasi namoyon bo'ladigan holatlarda yorug'likning modda bilan o'zaro ta'siri o'rganiladi;

Geometrik optika - To'lqinli optikaning kam uchraydigan xodisasi bo'lib, bu vaqtda to'lqin uzunligi $\lambda \rightarrow 0$ ya'ni to'lqin uzunligi ob'ektlar o'lchami bilan taqqoslanganda ancha kichik bo'ladi.

Yorug'lik nuri- geometrik optikaning birlamchi elementi bo'lib, yonida yorug'lik energiyasi tashiladigan to'g'ri chiziqdır.

Yorug'lik ikki muhit chegarasiga tushgan paytda uning sinishi va akslanishi kuzatiladi.

Birin ketin joylashtirilgan linzalar tizimi optik tizim deyiladi.

Singan yuzalar egrilik markazi tizimning asosiy optik o'qi deb nomlanuvchi yagona to'g'ri chiziqda yotsa bu optik tizim ishlashga tayyor bo'ladi.

Mikroskopiyaning asoslari. Elementar optik qurilma – lupa, uncha katta bo'lmagan (10-100 mm) fokus masofasida yig'uvchi linza yoki linzalar tizimi. Lupa 2 dan 50 martagacha kattalashtiradi.

Lupaning o'ziga xos tomonlaridan biri (G).

Lupaning kattalashtirishi- Ob'ektni lupa yordamida ko'rgandagi vizual balandlikning oddiy ko'z bilan eng yaxshi ko'rish oralig'ida ($q = 25$ sm) ko'rgandagi vizual balandligiga nisbatiga tengdir:

$$G = h'/h = q/p.$$

Kattalashtirish - ikkinchi xolatga nisbatan birinchi xolatda tasvirning ko'z to'rpardasidagi o'lchami necha barobar kattalashganligini ko'rsatadi.

Mikroskopning kattalashtirishi– Okulyar kattalashtirishining ob'ektivning kattalashtirishiga ko'paytmasidir

Polyarimetrik usul

Polyarimetrik usul — moddalarning undan o'tayotgan qutblangan nur sathini ma'lum bir burchakka burishiga asoslangan.

Optik faol moddalar tabiatiga ko'ra qutblangan nur sathi burilishi bir xil yo'nalishda va kattalikda bo'ladi. Agarda qutblangan nur sathi soat strelkasi bo'yicha burilsa, modda o'nga buruvchi bo'lib va "+" ishorasi bilan, soat strelkasiga teskari tomonga burilsa, u holda modda chapga buruvchi bo'ladi va "-" ishorasi bilan belgilanadi.

Boshlang'ich holatdan qutblangan nur sathining o'zgarishi burish burchagi deyiladi va burchak graduslarida ifodalanadi. Burish burchagi grek harfi " α " bilan belgilanadi. Burish burchagi kattaligi optik faol moddaning tabiatiga, qutblangan nurni optik faol muhitdagi bosib o'tgan yo'li uzunligiga va nurning to'lqin uzunligiga bog'liq bo'ladi. Eritmalar uchun burilish burchagi kattaligi erituvchi tabiatiga, qatlam qalinligiga, optik faol modda tabiatiga va konsentratsiyasiga bog'liq.

Burish burchagining kattaligi optik faol modda yoki uning eritmalarining qatlam qalinligi bilan to'g'ri proporsional bo'ladi. Harorat ko'p hollarda sezilarli ta'sir etmaydi.

Turli moddalarning qutblangan nur sathini burish qobiliyatini tavsiflash uchun solishtirma burish burchagining $[\alpha]_D$ qiymati aniqlanadi.

Solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ konsentratsiyasi lg/ml ga teng bo'lgan optik faol moddaning qutblangan monoxromatik nurni 1 dm qalinlikdagi muhitdan o'tishidagi nur sathini burish burchagiga teng.

Maxsus ko'rsatma bo'lmasa, solishtirma burish burchagini 20°C haroratda natriy (589,3 nm) D spektri to'lqin uzunligida aniqlanadi.

Optik faol modda eritmasining solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ erituvchi tabiatiga va konsentratsiyasiga bog'liq. Erituvchining almashtirilishi solishtirma burish burchagini kattaligi ishorasining ham o'zgartirishga olib kelishi mumkin. Shuning uchun me'yoriy hujjatda dori vositasining solishtirma burish burchagi, erituvchi turi va eritmaning konsentratsiyasi ko'rsatiladi.

Solishtirma burish burchagining kattaligi quyidagi formulalardan foydalanib aniqlanadi.

Eritma holdagi moddalar uchun

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \cdot 100}{L \cdot C}$$

α — o'lchangan burilish burchagi, gradus;

L — qatlam qalinligi, dm;

S — eritmaning foiz miqdori.

Suyuq holdagi dori moddalarning solishtirma burish burchagi esa quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{L \cdot P}$$

Optik faol modda burish burchagi orqali uning eritmadagi konsentratsiyasi va tozaligi aniqlanadi. Moddaning tozaligini solishtirma burish burchagini hisoblash orqali aniqlanadi.

Optik faol moddalarning foiz miqdori quyidagi formula orqali topiladi:

$$C = \frac{\alpha \cdot 100}{[\alpha] \cdot l}$$

$[\alpha]_D$ qiymati ma'lum oraliqdagi konsentratsiya uchun doimiydir.

Moddaning burish burchagini 0,002 aniqlikda o'lchash imkonini beradigan polyarimetrlarda o'lchanadi.

Buning uchun avval: toza suyuq moddalar uchun bo'sh kyuveta orqali, eritmalar uchun esa erituvchi orqali uskuna nol nuqtasiga keltiriladi. Nol nuqtada analizator prizmalarining ikkala ko'rish maydoni bir xil yoritilgan bulishi lozim.

Bu jarayon uch marotaba takrorlanadi va uning o'rtacha qiymati prizmaning "nol" holati deb qabul qilinadi. So'ngra tekshiriluvchi moddaning burish burchagi aniqlanadi. Tekshiriluvchi moddaning burish burchagi bilan "nol" nuqta orasida farq burish burchagini (α) ko'rsatadi (16-rasm).

Solishtirma burish burchagi orqali dori vositalarining sifati aniqlanadi.

Xinin gidroksloridning 0,1 M xlorid kislotasidagi tayyorlangan 3% li eritmasining solishtirma burish burchagi — 245° atrofida bolishi lozim.

4-MA'RUZA. OPTIK USULLARNING DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLANILISHI. REFRAKTOMETRIK USULDA DORI VOSITASINIG CHINLIK VA MIQDORINI ANIQLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Refraktometriya usulining nazariy asoslari
2. Refraktometriya usulining qo'llanilish

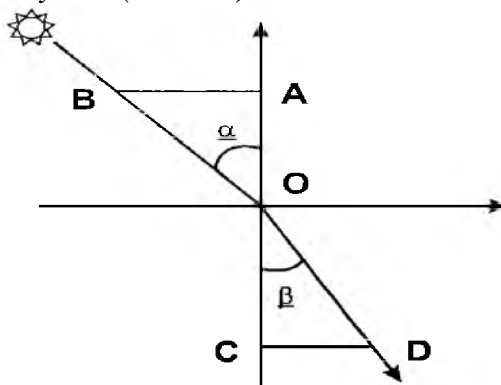
Tayanch so'z va iboralar: *Nur sindirish ko'rsatkichi, refraktometriya, nurning tarqalish tezligi, sinish burchagi,*

Refraktometrik usul

Refraktometrik usul eritmalarining nur sindirish ko'rsatkichini aniqlashga asoslangan. Nur sindirish ko'rsatkichi turlicha tizimdagi refraktometrlar yordamida 20°C haroratda, natriy spektriga mos to'lqin uzunligida ($\lambda = 589,3 \text{ nm}$) aniqlanadi.

Zamonaviy refraktometrlar oddiy yorug'lik (ko'zga ko'rinadigan nur, $\lambda = 400-800 \text{ nm}$) da o'lchanganda ham D natriy spektriga mos bo'lgan nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash imkonini beradi. Normal sharoitda aniqlangan nur sindirish ko'rsatkichi - n_D^{20} bilan belgilanadi.

Nur manбайдan tarqalgan nur bir muhitdan ikkinchi muhitga o'tishda yo'nalishini o'zganiradi (sinadi). Ikkinchi muhitning nur tushgan nuqtasidan, muhit yuzasiga perpendikular chiziq o'tkazilib, ikkinchi muhit yuzasiga teng masofalarda parallel chiziqlar tortilsa, gipotenuzalari tushgan va singan nurlardan iborat ikkita to'g'ri burchakli uchburchak hosil bo'lib, α — burchak tushish burchagi, β — burchak esa sinish burchagi deyiladi (14-rasm).



14-rasm

Nur sindirish ko'rsatkichi nurning havodagi tarqalish tezligining, uning tekshiriluvchi eritmadagi tezligiga nisbati yoki tushish burchagi sinusining sinish burchagi sinusiga nisbati bilan ifodalanadi.

$$n = \frac{V_1}{V} = \frac{\sin \alpha}{\sin \beta};$$

$$\sin \alpha = \frac{BA}{BO}; \quad \sin \beta = \frac{CD}{DO};$$

Tushish burchagi (α) sinish burchagi (β) dan kichik bo'lganligi uchun, $AB > CD$ bo'lib, $\sin \alpha > \sin \beta$ bo'ladi. Shuning uchun nur sindirish ko'rsatkichi birdan katta qiymatdan iborat.

Masalan, 20°C haroratda tozalangan suvning nur sindirish ko'rsatkichi 1,3330 ga teng.

Nur sindirish ko'rsatkichining mutloq va nisbiy qiymatlari mavjud. Mutloq nur sindirish ko'rsatkichi eritmaning vakuumga nisbatan nur sindirish ko'rsatkichi. Nisbiy nur sindirish ko'rsatkichi esa eritmaning havoga nisbatan nur sindirish ko'rsatkichi. Amalda aniqlanuvchi eritmaning havoga nisbatan o'lchangan nur sindirish ko'rsatkichidan foydalaniladi.

Eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanuvchi moddaning tabiatiga, eritma konsentratsiyasiga, sinayotgan nurning to'lqin uzunligiga, nur sindirish ko'rsatkichi o'lchanayotgan refraktometr turiga, erituvchining tabiatiga, haroratga va boshqa bir qancha omillarga bog'liq. Amalda farmatsevtik tahlilda Abbe turidagi refraktometrlardan foydalanilib, bu uskuna yordamida natriy spektri to'lqin uzunligi - D dagi ($\lambda = 589,3 \text{ nm}$) nur sindirish ko'rsatkichi o'lchanadi.

Aniqlash harorati $20 \pm 0,5^\circ\text{C}$ dan iborat bo'lib, normal haroratdan boshqa haroratda o'lchangan nur sindirish ko'rsatkichi formula orqali normal haroratga o'tkaziladi.

$$n_D^{20} = n_D^{t^0} - (20 - t^0) \cdot 0,0002$$

Nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanayotgan eritmaning konsentratsiyasi 2% dan kam bo'lmasligi maqsadga muvofiq.

Refraktometrik usul bilan bajariladigan tahlil quyidagi bosqichlardan iborat:

1. Refraktometmi sozlash;
2. Tekshiriluvchi eritmaning nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash va uni, agar lozim bo'lsa, normal haroratga o'tkazish;
3. Hisoblash formulasi yoki refraktometrik jadvaldan foydalanib, aniqlanuvchi moddaning foiz yoki gramm miqdorini hisoblash.

Refraktometr tozalangan suv yordamida sozlanib, buning uchun kamida besh marotaba nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi va tozalangan suvning aniqlangan nur sindirish ko'rsatkichlari bilan solishtirilganda farq (Δn_D^{20}) 0,0002 dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Tekshiriluvchi eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanib, lozim bo'lsa normal haroratga o'tkaziladi. Eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi $n = n_0 + CF$ formula bilan ifodalangani uchun eritmaning konsentratsiyasi

$$C = \frac{n - n_0}{F},$$

formula bilan hisoblanadi.

C — eritmaning foiz konsentratsiyasi;

n — eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 — erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

F — refraktometrik omil bo'lib, eritma konsentratsiyasi 1% ga o'zgarganda nur sindirish ko'rsatkichi qanchaga o'zgarishini ko'rsatadigan kattalik.

Aniqlanuvchi eritma bir nechta moddalardan iborat bo'lsa, nur sindirish ko'rsatkichi erituvchining va eritmadagi moddalar nur sindirish ko'rsatkichlari yig'indisidan iborat bo'ladi.

$$n = n_0 + n_1 + n_2 + \dots + n_i \text{ yoki } n = n_0 + S_1F_1 + C_2F_2 + \dots + C_iP_i$$

Bir necha moddalardan iborat bo'lgan eritmadagi moddalardan birining konsentratsiyasi quyidagi hisoblash formulasi yordamida aniqlanadi:

$$C_1 = \frac{n - (n_0 + C_2 F_2 + \dots + C_i F_i)}{F_1},$$

n — murakkab tarkibli eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 — erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

S_1, S_2, S_i — eritmadagi moddalarning foiz konsentratsiyasi;

F_1, F_2, F_i — refraktometrik omillar.

Nur sindirish ko'rsatkichining qiymati asosida aniqlanuvchi modda konsentratsiyasini refraktometrik jadvaldan foydalanib aniqlash ham mumkin. Bunda ko'pincha jadval qiymatlarini interpolatsiyalashga to'g'ri keladi.

Refraktometrik jadvalni interpolatsiyalash, nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi qiymatiga mos kelgan konsentratsiyadagi farqni refraktometrik jadval ma'lumotlari asosida topib, so'ng eritma konsentratsiyasini hisoblashdan iborat.

Masalan: 10% li glukoza eritmasining nur sindirish ko'rsatkichi $n_D^{20} = 1,3474$ ga teng.

Refraktometrik jadvalda quyidagi qiymatlar berilgan:

n	S%
1,3470	9,80
1,3480	10,10
$\Delta n = 0,001$	$\Delta S = 0,3$

Nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos konsentratsiya quyidagi formuladan topiladi:

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0004 \cdot 0,3}{0,001} = 0,12\%$$

formulada:

b — nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos kelgan konsentratsiya;

a — nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasi qiymati;

ΔS — refraktometrik jadvaldan olingan konsentratsiyadagi farq.

Eritmaning konsentratsiyasi esa quyidagicha hisoblanadi:

$$X\% = S + b = 9,80 + 0,12 = 9,92\%$$

Interpolatsiyalashni yuqorida berilgan qiymatlar asosida ushbu usul bilan ham bajarish mumkin. $1,3480 - 1,3474 = 0,0006$

bunda 1,3480 — refraktometrik jadvaldan olingan nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymati

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0006 \cdot 0,3}{0,001} = 0,18\%$$

$$X\% = C - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$$

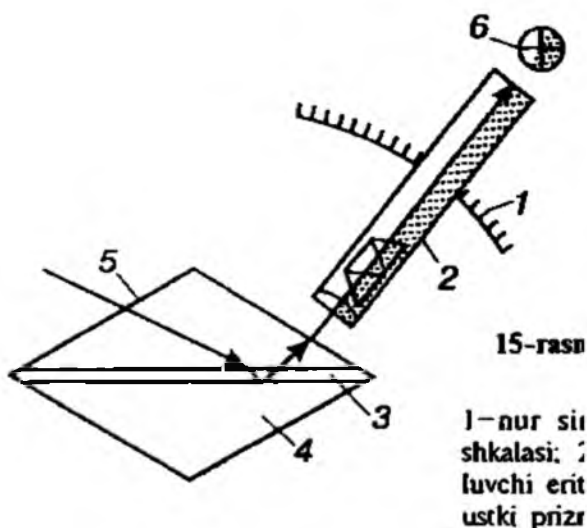
C — nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymatiga mos konsentratsiya.

Moddaning ma'lum konsentratsiyaga mos keladigan refraktometrik omilini, uning dastlabki refraktometrik omili asosida $F = F_0 k C$ formula yordamida hisoblash mumkin.

F_0 — moddaning 1% li eritmasiga mos kelgan refraktometrik omili;

k — tuzatish koeffitsiyenti;

S — eritma konsentratsiyasi.



15-rasm. Refraktometrning tuzilishi chizmasi.

1 – nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash shkalasi; 2 – ko'rish naychasi; 3 – tekshiriluvchi eritma yoki modda; 4, 5 – ostki va ustki prizmalar; 6 – okulyar.

1 ml eritmadagi glyukozaning gramm miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$X = \frac{n - n_0}{0,00142 \cdot 100}$$

X — 1 ml eritmadagi glukozaning grammlardagi miqdori;

n — eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 — tozalangan suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

0,00142 — glukozaning refraktometrik omili.

Tozalangan suv nur sindirish ko'rsatkichining haroratga bog'liqligi jadvali

$t, ^\circ C$	n_D^1	$t, ^\circ C$	n_D^1
15	1,33339	28	1,33217
16	1,33331	29	1,33206
17	1,33324	30	1,33194
18	1,33316	31	1,33182
19	1,33307	32	1,33170
20	1,33299	33	1,33157
21	1,33290	34	1,33144
22	1,33280	35	1,33131
23	1,33271	36	1,33117
24	1,33261	37	1,33104
25	1,33250	38	1,33090
26	1,33240	39	1,33075
27	1,33229	40	1,33061

Davlat farmakopeyasiga optik usullardan refraktometriya usuli ham kiritilgan bo'lib, bu usul nazorat analitik laboratoriyalarida, dorixonalarda, dori-darmonlar sifatini nazorat qilishda keng qo'llaniladi. Refraktometriya usulidan dori moddalarning chinligi, tozaligi va ularning eritmadagi konsentratsiyasini tahlil qilishda foydalaniladi. Berilgan to'lqin uzunlikda tiniq va toza har qanday suyuqlik, eritma, kristall faqat o'ziga xos qiymatiga ega bo'lgani uchun mazkur qiymat tahlil etiluvchi moddaning chinligini aniqlashda ishlatiladi.

5-MA'RUZA. FOTOMETRIYA, NAZARIY ASOSLARI, KOLORIMETRIYA VA FOTOKOLORIMETRIYA. FOTOMETRIYA QONUNLARI.

Ma'ruza rejasi:

1. Fotometriyaning nazariy asoslari.
2. Buger-Lambert Ber qonuni
3. Fotometriya usulining qo'llanish doirasi va afzalliklari.
4. Optik zichlikni additivlik qonuni
5. Asosiy qonundan chetlanish.

Tayanch so'z va iboralar: *Fotometriya, Buger Lambert Ber qonuni, Elektromagnit nurlanish,*

Fotometrik usullarga tekshiriluvchi eritma tomonidan nurning yutilishiga — absorbsiyasiga asoslangan fotoelektrokolorimetrik va spektrofotometrik usullar kiradi. Bu usullar elektromagnit nurlanishning tanlab yutilishiga asoslangan bo'lib, bunda molekuladagi yoki iondagi elektronlar holati asosiy ahamiyat kasb etadi.

Har qanday modda tebranish soni (chastotasi) ma'lum bir qiymatga ega bo'lgan elektromagnit nurni yutadi. Elektromagnit nurlanish to'lqin va korpuskular xossalarga ega bo'lib, nurlanish va yutilish jarayonlari kvantlar tarzida amalga oshadi:

$$\Delta E = h\nu = h \cdot \frac{c}{\lambda}$$

formulada:

ΔE — nurlanish energiyasining yutilish jarayonidagi o'zgarishi;

h — Plank doimiysi ($6,5 \cdot 10^{-27}$ erg/s);

ν — tebranish soni (chastota);

c — nurning bo'shliqdagi tezligi ($3 \cdot 10^{10}$ sm/s);

λ — to'lqin uzunligi.

Tebranish soni gerslar bilan, to'lqin uzunligi esa sm, mkm (10^{-6} m), nm (10^{-9} m) va angestremlar ($1 \text{ \AA} = 10^{-10}$ m) bilan ifodalanadi.

Ba'zan nurlanish to'lqin soni bilan ham tavsiflanadi:

$$\nu' = \frac{1}{\lambda} = \frac{1}{c} \cdot \nu$$

ν' nurning 1 sm iga to'g'ri kelgan to'lqin soni bo'lib, sm^{-1} larda ifodalanadi. Monoxromatik nurning modda tomonidan yutilish intensivligini nur yutilishining birlashgan qonuni — Buger-Lambert-Ber qonuni orqali tushuntiriladi.

Monoxromatik nur modda (yoki uning eritmasi)ga yo'naltirilganda uning bir qismi kyuveta devorlaridan qaytib, ikkinchi qismi yutilib, uchinchi qismi esa kyuvetadan o'tadi. Agar monoxromatik nurning dastlabki intensivligini J_0 , kyuvetadan qaytgan nur intensivligini J_k , modda tomonidan yutilgan nur intensivligini J_{yu} va eritmadan o'tgan nur intensivligini J bilan belgilasak, $J_0 = J_k + J_{yu} + J$ bo'ladi.

Fotometrik usullarda solishtiriluvchi va tekshiriluvchi eritmalar solingan kyuvetalar bir xil bo'lganligi uchun J_k ni e'tiborga olmasak, $J_0 = J_{yu} + J$ bo'lib, yutilgan nur intensivligi Buger-Lambert-Ber qonuni orqali aniqlanadi:

$$\lg \frac{J_0}{J} = K \cdot C \cdot l, \quad \frac{\lg J_0}{J} = D \quad D = K \cdot C \cdot l$$

$$D = E_{1\%}^{1\text{cm}} \cdot C \cdot l \quad D = \varepsilon \cdot C \cdot l$$

formulalarda:

J_0 — nurning dastlabki intensivligi;

J — eritmadan o'tgan nur intensivligi;

k — yutilish ko'rsatkichi;

D — eritmaning optik zichligi;

$E_{1\%}^{1\text{cm}}$ — solishtirma yutilish ko'rsatkichi;

ε — molyar yutilish ko'rsatkichi yoki ekstinksiya koeffitsienti;

l — eritma qatlamining qalinligi;

c — eritmaning konsentratsiyasi.

Nur yutilishining birlashgan qonuni Buger-Lambert va Ber qonunlari asosida keltirib chiqariladi.

Buger-Lambert qonuni numing yutilishini yutuvchi eritmaning qatlam qalinligiga bog'liqligini ifodalaydi.

$$\frac{J}{J_0} = 10^{-k \cdot v} \quad \lg \frac{J_0}{J} = k \cdot v$$

k — yutilish ko'rsatkichi.

Ber qonuni esa nurning yutilishini eritma konsentratsiyasi bilan bog'laydi.

$$k = k \cdot c$$

k — konsentratsiyasi birga teng bo'lgan eritmaning yutilish ko'rsatkichi.

$$\frac{J_0}{J} = 10^{-k \cdot v}; \quad \frac{J_0}{J} = 10^{-k \cdot c \cdot v} (\lg);$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot v \cdot \lg 10; \quad \lg 10 = 1$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot v(-1)$$

$$\lg \frac{J_0}{J} = -k \cdot C \cdot v; \quad \lg \frac{J_0}{J} = D$$

$$D = k \cdot C \cdot v$$

Nur yutilishining birlashgan qonuniga ko'ra, eritmaning optik zichligi yutilish ko'rsatkichiga, eritma konsentratsiyasiga va qatlam qalinligiga to'g'ri proporsional.

Fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullarning o'xshashlik va farq qiladigan tomonlari quyidagilardan iborat:

O'xshashligi:

- Bu ikkala usul ham absorbsion, ya'ni nur yutilish usullari qatoriga kiradi.
- Bu ikkala usul ham elektron energiyani yutib to'yingan orbitaldan to'yinmagan orbitalga o'tishiga asoslangan.
- Farqi:
- Fotokolorimetrik usul rangli eritmalar tomonidan monoxromatik ko'zga ko'rinadigan nurning yutilishiga, spektrofotometrik usul esa rangli va rangsiz eritmalar tomonidan ko'zga ko'rinadigan va ultrabinafsha monoxromatik nurning yutilishiga asoslangan.

Fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullardan dori vositalarining chinligini, tozaligini va miqdorini aniqlashda foydalanish mumkin.

Fotometriya usuli moddalar sifati va miqdorini aniqlashda, moddalar eritmalarini nur yutish qobilyatlariga asoslanadi.

Har qanday modda eritmalarini o'ziga nur yutish va qaytarish xususiyatga ega.

Nurlar ma'lum to'lqin uzunligidagi tebranishlarga ega bo'ladi. To'lqin tebranishining har bir chastotasini masofasi to'lqin uzunligi deyiladi.

Uzunlik km, m, sm, mm, mmk o'lchamlari bilan quyidagicha belgilanadi (millimikron yoki nm $1\text{nm}=10^{-9}\text{m}$).

10^{-5} — $6 \cdot 10^{-3}$ mmk — gamma nurlar

$6 \cdot 10^{-3}$ — 2 mmk — rengen nurlari

2 mmk — 18 mmk — UB vakuum nurlari

185 — 275 — UB nurlanishning uzoq diapazoni

275 — 320 mmk - UB nurlanishning o'rtacha diapazoni

320 — 400 mmk - UB nurlanishning yaqin diapazoni

400 - 760 mmk — ko'rinadigan yorug'lik nurlari

760 mmk — 1 mm — infraqizil nurlar

1 mm — 10 m — ultra qisqa radioto'lqinlar

10 m — 100m — qisqa radioto'lqinlar

100 m – 1000m - o'rtacha radioto'lqinlar

1000 m- 10.000 - uzun radioto'lqinlar

10.000 - o'ta uzun radioto'lqinlar

Bu usul absorbsiometriya, fotometriya, spektrofotometriya, spektrokolorimetriya, ba'zi xollarda kolorimetriya deb ham ataladi.

Usulning qo'llanilish doirasi va uning afzalliklari

Asosiy afzalliklari. 1. Ishlatilish doirasi juda keng. Agar tekshiriluvchi modda yorug'likni, kuchsiz yutsa, uni tegishli reaktiv qo'shib, yorug'likni kuchli yutadigan moddaga aylantirish mumkin.

2. Turli reagentlarni qo'llash bilan uning sezgirligini oshirish mumkin. Ayniqsa bu usul bilan turli moddalarni (qoldiq) yuqlarini aniqlash mumkin.

3. Bu usul bilan aniqlash juda tez olib boriladi, chunki bu usul titrlangan eritmadan qo'shmasdan bajariladi va eng oxirgi o'lchash operatsiyasi juda ham sodda. Bundan tashqari o'tkaziladigan ajratish sonini qisqartirish yoki oldini olish mumkin, chunki xalaqit qiluvchi ionlarni yo'qotish uchun analitik kimyoda ishlatiladigan barcha usullardan (reaktiv tanlash, oksidlanish-qaytarilish, ph--muhitini zarur sharoitga keltirish, komplekslar hosil qilish, organik erituvchilarni ishlatish) foydalanish mumkin

4. Tekshiriluvchi eritma barcha xalaqit qiluvchi moddalar saqlagan eritma bilan (nazorat tajribasi) solishtirish mumkin, bundan tashqari, ko'pincha kerakli moddani aniqlashni boshqa nur yutuvchi moddalar ishtirokida olib borish mumkin.

Moddalarning nur yutishi va nur o'tkazishining xarakteri va qiymati tekshiriluvchi moddaning tabiatiga va eritmadagi konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi.

Murakkab tarkibdagi molekular eritmalarini aniq bir to'lqin uzunligida nur yutish xususiyatini ko'rsatkichi ma'lum qiyinchiliklar keltiradi. Shuning uchun amaliy olib boriladigan natijalar yordamida biror bir xulosaga ega bo'lishi mumkin. Ma'lum to'lqin uzunligida murakkab modda eritmasini nur yutishi uning kimyoviy tuzilishiga bog'liqdir, unda tashqi elektron orbitallarini kimyoviy bog'larni hosil qilishiga asoslangan. Shundan ko'rinib turibdiki organik molekularlarning spektral xususiyati tarkibidagi quyidagi elektron bog'larni hosil bo'lishiga bir xil bog'larni hosil qilishi, δ - elektron bog'larni, qo'sh bog'larni hosil qilishi - π - elektron bog'larni va molekularlarda azot, kislorod elementini saqlaganlar erkin elektron parlarini yoki n – elektronlari ishtirokida bo'lishi kuzatiladi. Bunday har xil elektronlarning o'zgarishi natijasida, har xil spektral xususiyatga ega bo'lgan xolatlarni kuzatish mumkin. Ulardan tashqari spektrlarning hosil bo'lishida qo'llanilgan organik erituvchilarning xususiyatlariga ham bog'liqdir.

Modda eritmalarining ma'lum spektrda nur yutishi modda molekulasida aniq atomlarning mavjudligiga bog'liqdir.

Rang hosil qiluvchi gurux moddalarini nur yutishi ko'zga ko'rinadigan spektr oralig'ida bo'lib, ularni xromaformlar deb yuritiladi. Quyidagi jadvalda xromafor hosil qiluvchi gurux, ularni nur yutish oralig'i va shu guruxga to'g'ri keladigan yuqori nur etish oralig'i to'g'risida ma'lumotlar keltirilgan.

Xromafor guruxi	formulasi	Modda	Erituvchi	$\lambda_{\max}$, nm	ϵ
karbonil	$>S=O$	atseton	spirt	270,0	15,8
karbonil	$>S=O$	atsetaldegat	spirt	293,4	11,8
karboksil	-SOON	Sirka kis-si	Toza suv	204,0	60,0
etilen	-S=S-	Etilen	Toza suv	193,0	$10 \cdot 10^3$
azometin	$>S=N-$	atsetoksim	Toza suv	190,0	$5 \cdot 10^3$
nitroza	-N=O	Nitrozo-butan	efir	665,0	20
nitrit	-O-N=O	Oktilnitrit	geksan	230,0	$2,2 \cdot 10^3$
benzol	S_6N_6	oktilnitrit	geksan	255,0	230
nitrat	-O-NO ₂	etilnitrat	dioksan	270,0	12

Yuqorida keltirilgan jadvaldagi ma'lumotlar modda molekulasidagi guruxlar yordmida ma'lum aniqlikdagi spektral nur yutish xususiyati tadiqlab olishga yordam beradi. Ayrim xolatlarda bunday xromoform guruxi bilan bir qatorda uning tasrkibida bo'lgan aktiv atomlar ishtirokida o'zi xech qanday nur yutish xususiyatiga ega bo'lmagan, lekin xromoform guruxi ishtirokidagi rang hosil bo'lishi va nurning intensivligini oshirishda xizmat qiladi.

Bunday guruxlarga (-NN₂; N $\begin{matrix} \text{SN}_3 \\ \text{SN}_3 \end{matrix}$; -ON; -O-SN₃)

Nur yutishni xarakterlovchi asosiy qiymatlari

Agar modda eritmasi J₀ intensivlikda yorug'lik (nur to'plami) o'tkazilsa, nur eritma qatlamidan o'tgandan keyin uning intensivligi J_t gacha kamayadi. Bularning nisbati yorug'lik

$$T = \frac{J_0}{J_t}$$

o'tkazishning (yutishni) xarakterlaydi. Yorug'lik o'tkazish qiymati (T) 0 dan 1 gacha o'zgarishi mumkin. Ba'zi xollarda bu qiymat protsentlarda ifodalanadi. Agar T qiymat kattaligini 1 sm qatlam qalingiga tavsiya etilsa, bu qiymatni nur yutish koeffitsenti deyiladi. Moddalarning nur yutish qiymatini optik zichlik D bilan ifodalash mumkin.

$$D = -\lg T \quad D = \lg \frac{J_0}{J_t}$$

D qiymatlari turli musbat qiymat bo'lib, 0 dan ∞ gacha bo'lishi mumkin. Lekin zamonaviy asboblarda optik zichlik qiymatini 2 gacha aniqlash imkonini beradi.

2. Rangli eritma konsentratsiyasi juda ham yuqori bo'lishi maqsadga muvofiq emas.
3. Ba'zi bir kimyoviy reaksiyalarsiz, rangsiz eritmalarining yuqori konsentratsiyasi nur yutish qiymatlariga ta'sir ko'rsatishi mumkin.
4. Ber qonuni flyuoressensiya hosil qiluvchi moddalar va suspenziya hosil qiluvchi moddalar uchun rioya qilmaydi.
5. Agarda suyultirilgan eritmalar kimyoviy muvozanatli kuchli siljitsa, u xolda nur yutish qonuniga qisman bo'ysunmaslik kuzatiladi.

Optik zichlik additivlik qonuni

Ikkita bir xil qalinlikdagi kyuvetada turli modda eritmaları bor deb faraz qilamiz.

E₁ va S₁ ham da E₂ va S₂ bo'lsin. Xuddi shu qalinlikdagi kyuvetaga, shu ikki moddaning ma'lum konsentratsiyasidagi S₁ + S₂ eritmas bo'lsin.

Agar 1 chi, 2 si va 3 chi kyuvetadagi eritmalaridan monoxromatik nur o'tkazilsa, u xolda 3 chi kyuvetadagi eritmaning optik zichligi birinchi va ikkinchi kyuvetadagi eritmaning optik zichlik yig'indisiga teng bo'ladi.

$$D_3 = D_1 + D_2 = (E_1 C_1 + E_2 C_2)$$

Bir moddaning boshqa modda ishtirokida aniqlash imkonini beradi, bu xususiyat katta ahamiyatga ega.

Optik zichlikni additivlik qonuni

Tekshiriladigan eritmada bir nechta yutadigan modda bo'lsa, ularning optik ko'rsatkichining yig'indisi eritmaning umumiy optik ko'rsatkichiga teng bo'lishini tasvirlaydi. Agarda eritmada M, N, R va Q moddalar bo'lsaya, ularning har birining optik ko'rsatkichi mos ravishda

$$A_M = \varepsilon_m \cdot S_m \cdot l_m; \quad A_N = \varepsilon_N \cdot S_N \cdot l_N; \quad A_R = \varepsilon_R \cdot S_R \cdot l_R;$$
$$A_Q = \varepsilon_Q \cdot S_Q \cdot l_Q \text{ bo'ladi.}$$

Ushbu optik ko'rsatkichlarining yig'indisi eritmaning umumiy optik ko'rsatkichini $A = A_M + A_N + A_R + A_Q = \varepsilon_m S_m \cdot l_m + \varepsilon_N \cdot S_N \cdot l_N + \varepsilon_R \cdot S_R \cdot l_R + \varepsilon_Q \cdot S_Q \cdot l_Q$ ni tashkil etadi.

Yutilishning asosiy qonunidan chetlanishi

Buger-Lambert-Ber qonuni konsentratsiyaning muayyan chegaralaridagina to'g'ri chiziqlidir. SHu chegaralardan chetga chiqqanda qonunning to'g'ri chiziqliligiga ajralmaydi. Buning bir necha sabablari bor. Shu sabablardan biri nurning monoxromatik bo'lmashligidir, chunki qonunni keltirib chiqarganda asosiy shart sifatida nurning monoxromatikligiga qo'yilgan edi. Aslini olganda aniq monoxromatik nurni hosil qilish juda qiyindir, chunki har qanday nur boshqa to'lqin uzunligiga ega bo'lgan nur bilan birga bo'ladi. Ularni aniq ajratish masalasi nihoyatda qiyin masaladir. Nurning monoxromatik emasligi oqibatida yutilish qonunida chetga chiqishning tushunib olish uchun to'lqin uzunliklari λ_1 va λ_2 intensivliklari J_1 va J_2 bo'lgan nurlar tekshiriladigan modda eritmasiga tushayapti deb qaraladi.

Monoxromatiklikdan tashqari nurning modda eritmasiga tushganda sochilishi ham qonundan chetga chiqishga olib keladi. Linza, ko'zgu va boshqa optik materiallardan qaytgan va sochilgan begona nurlar J_s manbadagi barcha to'lqin uzunliklariga ega bo'lgan nurlardir. SHuning uchun ham tekshiriladigan moddaga J_o nurgina emas, balki $J_s + J_o$ nur ham tushadi va uning optik ko'rsatkichi D^1 bo'lsa, bu qiymat D dan kichik bo'ladi, chunki

$$D^1 = \lg \frac{J_o + J_s}{J_1 + J_c} \quad D = \lg \frac{J_s}{J}$$

Eritmaga tushayotgan sochilgan nurning intensivligi teshikning kattaligiga bevosita bog'liq. Eritmaga tushishdan oldin nurni maxsus svetofiltrlardan o'tkazish uning sochilish ta'siri kamaytiradi. YUtilish qonunlaridan chetga chiqishga, bulardan tashqari kimyoviy jarayonlar ham ta'sir ko'rsatadi. Dissotsiatsiya, assotsiatsiya, gidroliz, solvoliz, komplekslanish, oraliq moddalar hosil bo'lishi, tautomer o'zgarishlar, o'zaro ta'sir (eritmada moddalar, erituvchi va boshqalar) yoki boshqa kimyoviy o'zgarishlar natijasida tekshiriladigan moddaning konsentratsiyasi o'zgaradi, bu esa optik zichlikning egri chiziqli o'zgarishiga olib keladi. Misol qilib dixromat ionining muvozanatini qarab chiqsak:



Qator to'lqin uzunliklarda dixromat, gidroxromat va xromat ionlarning molyar yutish koeffitsientlari turlicha. Bundan tashqari, instrumental sababalar va sistemaning sindirish ko'rsatkichi ta'siri va boshqalar oqibatida ham qonundan chetga chiqishlar kuzatiladi. Shularning barchasini hisobga olib, tekshirishlar muayyoyan optimal sharoitda, konsentratsiyaning tegishli oralig'i va kyuvetaning, muayyan qalaniligida o'tkaziladi.

Additivlik qonuni qo'llanilishi

1. Agar ikki eritma aralashmasi molekulararo kuchlarni o'zgartirmasa, kimyoviy reaksiya hosil qilmasa va muvozanatni siljitmasa monoxromatik nurlarni qo'llashda bu qonun o'z kuchiga ega.

2. Polixromatik nurlarni qo'llashda 2 ta modda eritmasidan bittasi albatta Ber qonuniga bo'ysunishi kerak. Agar aniqlashda n modda eritmasi ishtirok etsa, u xolda bu qonunga bo'ysunish uchun n-1 moddalar Ber qonuniga bo'ysunishi kerak.

Nur yutish spektri. Moddaning nur yutishi bilan to'liq uzunligi orasidagi bog'lanish shu moddaning nur yutishi (absorbsiya) egri chizig'i (spektri) bilan ifodalanadi. Nur yutish spektri chizma xolda firdalanadi. Bunda absiss o'qiga to'liq uzunligi (A_1 nm yoki m.km) yoki to'liq uzunligi qiymatlari (to'liq uzunligiga teskari qiymatlari sm^{-1}) qo'yiladi. Ordinats o'qida optik zichlik, zichlik logarifmi D_1 E_1 . E bo'ladi. Nur yutish spektri undagi ma'lum chiziqlar miqdori bilan xarakterlanadi. Har bir chiziq ham o'z navbatida maksimum xolati bilan ifodalanadi va shunga munosib to'liq uzunligi λ yoki uning balandligi, h yoki yarim eni, μ ya'ni to'liq uzunliklari maksimumi o'rtasidagi masofa bilan ifodalanadi.

Nur yutish spektri har bir moddaning o'ziga xos xarakteristikasi hisoblanadi. Nur yutish spektrini o'rganish nur yutuvchi moddani sifatini tahlil qilish, bundan tashqari organik moddalarni ko'pgina funksional guruxlarni aniqlashga asoslangan.

Modda eritmasi orqali nur yutishni miqdorini aniqlash Buger-Lamber-Ber qonuniga asoslangan.

Moddalarni nur yutishi bo'yicha miqdorini aniqlash – fotometriya deb yuritiladi va quyidagi usullarga bo'linadi.

1. Kolorimetriya
2. Fotokolorimetriya
3. Spektrofotometriya.

Kolorimetriya – asosan biron – bir rangli eritmani oddiy ko'rish bilan yoki ma'lum moslama yordamida solishtirilib aniqlashga asoslangan.

Fotokolorimetriya – moddani polixromatik nurlanishda spektrning ko'rinadigan qismida o'lchab tahlil qilishga asoslangan.

Spektrofotometriya – monoxromatik nurlarni ko'rinadigan hamda spektrning unga yondoshgan ultrabinafsha va infraqizil qismida aniqlashga asoslangan.

Spektrofotometrik aniqlash fotokolorimetrik usuldan farqli xolda to'liq uzunliklarining keng diapazonida aniqlash hamda monoxromatik nurlanishni qo'llashda katta aniqlik bilan ishlashning imkonini beradi.

Fotometriya usulida to'liq uzunligini va svetofiltr tanlash.

Fotometrik usul bilan aniqlashda spektrning shunday qismi tanlanadiki, bunda modda miqdorini aniqlashda yuqori sezgirlik va aniqlikka erishiladi. O'lchash uchun to'liq uzunligida quyidagi bir qancha talablarga rioya qilishi kerak.

1. Tanlangan to'liq uzunligiga fotoelement retseptorlarining sezgirliги yuqori bo'lishi kerak.
2. Yutilayotgan nur to'liq uzunligini biroz siljishida olinayotgan natijalarni qayta tekshirilganda bir-biriga yaqin natijalar olish.
3. Fotometriyaning asosiy qonuniga bo'ysunish kerak. Optik zichlikni o'lchash sharoiti $\lambda_{\max}$, λ_{opt} , λ_{izob} nuqtalarga bog'liq.

1. Agar faqat tekshiriluvchi rangli eritma nur yutsa bunda boshlang'ich komponentlar – nur yutmaydi, u xolda eritmaning optik zichligi D maksimum to'liq uzunligida o'lchanadi va bunda tekshiriluvchi modda eritmasining maksimal nur yutishi kuzatiladi.

Tenglikni differensiallasak $D = E \cdot l \cdot S$

$$\frac{dD}{dC} \cdot E_{\text{make}} = \frac{\Delta D}{\Delta C} = E_{\text{make}}$$

Chizmadan ko'rinib turibdiki, eritmaning konsentratsiyasi tekshiriluvchi eritmaning molyar nur yutish koeffitsientiga qaraganda qancha ko'p o'zgarsa, eritmaning optik zichligi D ham shunday o'zgaradi. Maksimal nur yutish to'liq uzunligida E har doim katta bo'ladi. Eritmaning optik zichligi D gi bir xil o'zgarganda D $\lambda_{\max}$ qaraganda biroz yuqori bo'ladi, ya'ni optik zichlikni aniqlash

darajasi nur yutish $\lambda_{\max}$, $\lambda_{\max}$ ga qanchalik yaqin bo'lsa, uni alohida darajasi, shunchalik yuqori bo'ladi.

$\lambda_{\max}$ to'liq uzunligida modda eritmasining optik zichligini D o'lchamning sezgirligini ko'tarish imkonini beradi.

Bu esa $\lambda_{\max}$ ning yuqori qiymatlarida aniqlash E qiymatlarining sezgirligini oshiradi.

$\lambda_{\max}$ bilan birga monoxromatik nur monoxromatorlar yordamida ajratiladi. Fotokolorimetrik usulda aniqlash modda eritmalarining nur yutish maksimumi kerakli svetofiltri yordamida amalga oshiriladi.

Fotometrik o'lchashlarning optimal sharoitini tanlash

Buger-Lamber-Ber qonuniga asosan, optik ko'rsatkich tekshiriladigan modda eritmasining molyar yutish koeffitsienti, eritmaning konsentratsiyasi va yutish qatlamining qalinligiga bog'liq. Nazariy hisoblashlar va tajribalar fotometrik aniqlashlarda xatoning minimal qiymti optik ko'rsatkichning 0,2-1 qiymatlariga to'g'ri kelishini ko'rsatadi. SHundan kelib chiqib, aniqlashlarning optimal sharoiti tanlanishi kerak. Ko'pchilik moddalarning molyar yutish koeffitsienti birning ulushlaridan 10^5 gacha bo'lgan oraliqda o'zgaradi. Yuqorida yutish qatlamining 1 sm qalinligini maqsadga muvofiligi ko'rsatilgan edi, agar $l = 1\text{cm}$ bo'lsa, optimal hisoblanadigan optik ko'rsatkich qiymatini 0,5 deb olinsa, molyar yutish koeffitsienti 100 bo'lgan eritma uchun konsentratsiyasi $S_x = 0,5/100 = 0,005$ bo'lishi kuzatiladi.

Agar moddaning molyar yutish koeffitsienti 1000 bo'lsa, optik ko'rsatkichning 0,5 bo'lgan qiymati uchun konsentratsiyasi

$S_x = 0,5/1000 = 0,0005$ bo'ladi.

Tekshirish uchun olingan modda eritmasining optik ko'rsatkichi katta bo'lsa, optimal sharoit tanlash uchun eritmaning konsentratsiyasini yoki yutish qatlamining qalinligini kamaytirish zarur. Optik ko'rsatkich juda kichik bo'lganda yutish qatlamining qalinligini oshirish orqali optimal sharoitni tanlanishi mumkin. Bunday o'lchashlar eritmadan o'tayotgan nurning to'liq uzunligi optik ko'rsatkichning eng katta qiymatiga mos keladigan soxasida amalga oshirilishi kerak. Bu soxada yutish eng katta qiymatga ega bo'ladi. Agar tekshiriladigan modda bir nechta yutish yo'laklariga ega bo'lsa, yutish koeffitsienti eng katta bo'lgan yo'lak (optik ko'rsatkichning eng katta qiymatiga to'g'ri keladigan uchinchi soxasini) tanlanadi.

Svetofiltr shunday tanlanadiki, tekshiriluvchi moddaning nur yutish spektriga asoslangan xolda rangli eritmaning maksimal nur yutish spektri va svetofiltrning, ya'ni eritmaning nur yutish maksimumi svetofiltrning nur o'tkazish maksimumiga (nur yutish minimumi) to'g'ri kelishi kerak.

Agar svetofiltrning yoki tekshiriluvchi eritmaning nur yutish spektri xarakteristikasi ma'lum bo'lmasa, svetofiltr eritmaning rangiga moslab tanlanadi.

Rangli eritmalar va ularga xos svetofiltrlar.

Eritma rangi	$\lambda_{\max}$	Svetofiltr rangi
Sariq-yashil	400-450	Qizil- binafsha
Sariq	450-480	Zangori
Sariq-qo'ng'ir qizil	480-490	YAshil-zangori
Qizil	490-500	Zangori-yashil
Qizil alvon	500-560	YAshil
Binafsha	560-575	Sariq-yashil
Zangori	575-590	Sariq
YAshil-zangori	590-625	Binafsha
Zangori-yashil	625-700	Qizil

Agar eritmaning nur yutish to'liq uzunligi maksimumi $\lambda_{\max}$ ishlatilayotgan fotoelementning sezgirlik maksimumiga to'g'ri kelmasa, u xolda svetofiltr tajriba yo'li bilan tanlanadi, buning uchun har gal svetofiltrlar bilan eritmaning optik zichligi D o'lchanadi. Berilgan rangli eritmaning qaysi

svetofiltrdagi optik zichlik qiymati eng yuqori bo'lsa, shu svetofiltr fotometriya usulida aniqlash uchun to'g'ri keladi

2. Agar tekshiriluvchi eritmaning rangi bilan tekshirish uchun tanlangan reaktivi (R) rangi bir xil bo'lsa va nur yutish spektri bir xil bo'lsa, u xolda eritma optik zichligi D maksimal nur yutish oralig'idan emas, balki optimal nur yutish (λ_{opt}) oralig'ida o'lchanadi, yani tekshiriluvchi eritma bilan reaktivning shunday to'liq uzunligida (yoki spetrning o'sha qismida) o'lchanadiki, bunda tekshiriluvchi eritma va reaktivning optik zichliklari orasidagi o'zgarish D yuqori qiymatga ega bo'ladi. Bu xolda fotometriya usulida eritmani tekshirish uchun λ_{opt} da maksimal nur o'tkazuvchi svetofiltr qo'llaniladi.

Svetofiltrning berilgan to'plamida va uning spektral xarakteristikasi bo'lmasa tekshiriluvchi moddaning optik zichligini D va xuddi shu konsentratsiyada reaktivning optik zichligini o'lchash uchun svetofiltr tajriba yo'li bilan tanlanadi va shu berilgan ham ma svetofiltrlarda optik zichlik o'lchanadi.

Tekshiriluvchi eritma bilan reaktiv optik zichliklari qiymatlari orasidagi o'zgarish qaysi svetofiltrni ishlatilganda eng yuqori qiymatga ega bo'lsa o'sha svetofiltr tekshiriluvchi moddani fotometrik usulda aniqlashda mos keladi.

3. Tarkibi jihatdan bir-biriga yaqin rangli eritmalarining bir xil bo'lib, faqat maksimal nur yutish xolati bilan farq qilsa, u xolda eritmani fotometrik usulda aniqlash izobestik nuqtaga (spektr chiziqlar kesishgan nuqta) ega bo'lgan to'liq uzunligida olib boriladi.

Izobestik nuqtada ikki modda aralashmasi eritmasi rangli moddalarning aralashmasida aniqlanayotgan bir xilda nur yutishga ega bo'ladiki, shuning uchun tekshiriluvchi eritmani muvozanat saqlovchi rangli eritma formasi ishtirokida tekshirish natijalariga ta'sir ko'rsatadi.

Fotometriyada rangli eritmalar uchun qo'llaniladigan svetofiltrlar to'plami quyidagi talablarga rioya qilish kerak: a) svetofiltrning maksimum nur o'tkazish spektr bo'yicha filtdan-filtrga, spektrning bir xil qismlarini o'z ichiga olib siljishi kerak. b) svetofiltr. UB va infraqizil nurni to'liq yutishi kerak. v) svetofiltr yuqori qiymatli o'tkazish koeffitsientiga ega bo'lgan xolda qisqa intervaldagi to'liq uzunligini o'tkazishi kerak.

Spektrofotometriya va fotokolorimetriya usullarining sezgirligi.

Fotometrik tahlil usulning asosiy ko'rsatkichlaridan biri uning sezgirligidir. Usulning sezgirligi yordamida modda tarkibidagi kichik miqdordagi qoldig'ini (sledov) aniqlashda, sanoatda ishlab chiqarayotgan maxsulotlarni, ayniqsa yarim o'tkazgich materiallarini tarkibi nazorat qilishda keng qo'llaniladi. Usulga qo'yiladigan talablar taqqoslovchi kolorimetrik hamda fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullar uchun har xildir.

Taqqoslovchi (vizual) kolorimetrik usulda tekshiriluvchi rangli eritmani, taqqoslovchi moddaning rangiga solishtirib miqdorini aniqlashga asoslanadi.

Fotoelektrokolorimetrik usulda, usulning sezgirligiga asosan izlanuvchi va taqqoslovchi eritmalarining optik ko'rsatkichini taqqoslash yuqori sezgirlikda amalga oshiriladi. Bunda asosan tahlil jarayonida o'zgarmas to'liq uzunligida kyuvetaning bir xil hajmida olib borish bir xil natijalarni aniqlikda olishga asos bo'ladi. Yana boshqa xatoliklarga olib keladigan sabablardan dastlabki moddaning eritmasini tayyorlash, hamda halaqit beradigan moddalardan tozalash jarayonida bo'lishi mumkin.

Shuning uchun fotometrik usulning sezgirligini xususiyati fotometrik reaksiyalarni hosil bo'lishi va fotometrik usulning o'zini moddaga nisbatan va uning tarkibidagi moddalarni xolatiga bog'liqdir.

Fotometrik usulda uning sezgirligiga ijobiy ahamiyatga ega bo'lgan ko'rsatkichlarda quyidagilar inobatga olinadi:

1. Fotometrik reaksiya asosida izlanuvchi va taqqoslovchi modda eritmalarini nur yutish xususiyatini aniqlashda molyar nur yutish koeffitsienti (ϵ) yordamida amalga oshirish yaxshi natijalarga olib keladi.

Fotokolorimetrik usulni amalga oshirishda optimal konsentratsiyadagi eritmani tanlash

Ma'lumki moddalarning konsentratsiyasi bilan yutilgan nurning intensivligi orasida miqdoriy bog'lanish mavjud.

$$S = \frac{D}{\epsilon \cdot l};$$

Aniq to'liq uzunlikda (λ) va kyuvetaning qalanligida (l) tajribaning nisbiy xatoligini qiymati o'zgarmasdir.

SHunga qaramay olib borilayotgan tahlilni sezgirligi oshirish mumkin, agarda differensial fotokolorimetriya usulida amalga oshirilsa. Bunda tekshiriluvchi eritmaning optik ko'rsatkichini aniqlashda erituvchi bilan emas, balki aniq miqdor saqlagan moddaning eritmasi yordamida taqqoslash maqsadga muvofiqdir.

Taqqoslovchi eritmaning konsentratsiyasini (S_k) bu xolatda aniqlanuvchi moddaning konsentratsiyasidan (S_x) kichikroq miqdorda olinishi tavsiya etiladi. ($S_k < S_x$)

Differensial fotokolorimetriyaning xatoligini kamaytirish uchun quyidagilarni inobatga olish kerak:

1. Erituvchining optik ko'rsatkichiga nisbatan tekshiriluvchi moddaning optik ko'rsatkichi yuqori bo'lishi ($D > 0,43$).
2. Taqqoslanayotgan eritmaning optik ko'rsatkichi umuman ($D_x = 0$) qiymatga ega bo'lishi maqsadga muvofiq.
3. Nur tushirayotganda modda eritmalarining konsentratsiyasini nur o'tkazishi, standart eritmaning nur o'tkazishidan kam bo'lishi kerak.
4. Qo'llanilayotgan kyuvetalarning uzunligida farqi bo'lmasligi.
5. Tekshirilayotgan eritmaning konsentratsiyasini yuqori bo'lishi.

Fotometrik apparatlarni qo'llanishi bilan eritmalarini nur yutish xususiyatini har xil usullar asosida olib boriladi. Unda standart va tekshiriluvchi eritmalarining optik ko'rsatkichini bir xil sharoitda olib boriladi.

Taqqoslash usulidagi kolorimetriya

1. Standart eritmalar yordamida. Buning uchun bir xil kolorimetrik probirkalarga aniq hajmdagi tekshiriluvchi va standart eritmalarining rangini taqqoslash asosida amalga oshiriladi. Unda izlanuvchi eritmaning rangini standart eritma rangiga to'g'ri kelishi uning miqdorini tasdiqlaydi.
 2. Kolorimetrik titrlash usulida. Ikkita bir xil hajmdagi probirkaga biriga rangli izlanuvchi eritmadan, ikkinchisiga tozalangan suvdan solinadi. So'ngra tozalangan suv solingan probirkaga byuretka orqali rangli standart eritmadan asta-sekin qo'shib, birinchi probirkadagi eritmani rangiga tenglashtirilguncha qo'shiladi. Aniqlanuvchi eritmadagi modda miqdorini, tozalangan suvga qo'shilgan eritmaning miqdori bilan aniqlab olinadi.
 3. Tenglashtirish usulida. Eritmadagi moddani miqdorini aniqlashda tekshiriluvchi va standart eritmalarining rangini tenglashtirish yordamida amalga oshiriladi.
- A) Solishtirish usulida. Ikkita bir xil hajmdagi probirkaga standart va tekshiriluvchi rangli eritmalaridan solib, so'ngra rangi to'q bo'lgan probirkadagi eritmani tozalangan suv yordamida ikkinchi probirkani rangigachan tenglashtiriladi. Izlanuvchi eritmadagi moddaning miqdorini quyidagi tenglama asosida hisoblab olinadi.

$$q_x = q_{st} \frac{V_x}{V_{st}} \quad \text{yoki} \quad q_x = q_{st} \frac{h_x}{h_{st}}$$

q_{st} – standart eritmadagi moddaning miqdori

V_x, V_{st} – izlanuvchi va standart eritmalarining hajmi yoki

h_x va h_{st} – probirkadagi izlanuvchi va standart eritmalarining hajmini balandligi.

Spektrofotometriya va fotokolorometriya usullarida moddalar miqdorini aniqlash uchun shu moddalarni eng kam miqdori bilan rangli eritma hosil qilishi uchun qo'llaniladigan kimyoviy reaksiyalarni ob'ektiv baholash lozim bo'ladi. Buning uchun molyar nur yutish ko'rsatkichlarini $E_{\max}$ aniqlanadi va shu qiymatlardan foydalaniladi.

$$S_{\min} = \frac{D_{\min}}{E_{\max} \cdot \lambda_{\max}}$$

Shu formula asosida $E_{\max}$ (molyar konsentratsiyadami spektrofotometriya usulida qo'llash uchun moddaning eng kichik miqdorini aniqlash mumkin.

Agar $D = 0,001$, $l = 1 \text{ sm}$, $E_{\max} = 100000$ deb qabul qilinsa u xolda

$$S = \frac{1 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^5} = 1 \cdot 10^{-8} \text{ mol/l bo'ladi.}$$

Agar l ni 10 sm gacha oshirsak sezgirlikni 10 marta oshirish mumkin, demak $S_{\min} = 1 \cdot 10^{-9} \text{ mol/l bo'ladi.}$

Hozirgi zamon fotokolorimetriyalarida aniqlash aniqlik darajasi $D_{\min} - 0,01$ ga yaqin qiymatga ega. Rangli eritmalarida molyar yutish koeffitsienti (E) ning qiymati 50000 dan oshmaydi va shunga ko'ra $S_{\min}$ qiymati $1 \cdot 10^{-7} \text{ mol/l}$ gacha ($l = 1 \text{ sm}$ bo'lganda) kamayadi.

Reaksiya sezgirligi faqat minimal konsentratsiyani emas, balki aniqlash minimumini xarakterlaydi, yani ma'lum bir sharoitda moddani reaktivlar bilan hosil qiladigan reaksiya mahsulotlarni aniqlash uchun ketgan eng kam miqdoriga aytiladi. L.B.Ginzbur va YU.Lure, hamda Sendal shuni ko'rsatdilar, rangli reaksiya sezgirligi optik zichligi $D = 0,01$ ga teng bo'lgan 1 sm^2 ko'ndalang kesimli eritmaning rangli eritmaga aylantirilgan tekshiriluvchi eritma mikrogramm ($\text{mkg} = 1 \cdot 10^{-6} \text{ g}$) qiymati bilan ifodalangan (rangli reaksiyaning shartli sezgirligi).

Ko'pgina rangli reaksiyalarning minimum sezgirligi spektrofotometrik va fotometrik usullarni aniqlashda $0,01 - 0,001 \text{ mkg/sm}^2$ oralig'ida bajariladi.

Moddalar eritmasini nur yutish xususiyatini tahlil qilishda quyidagi xatoliklar uchrashi mumkin.

1. Ayrim xolatlarda rangli eritmalar dissotsiatsiyaga yoki polimerlanishga, erituvchilar bilan birikishi yoki tarkibidagi mavjud boshqa moddalar bilan (masalan: tuzlar, kislotalar va asoslar), natijada rangli eritmalarini nur yutish xususiyati o'zgarishi mumkin.

2. Natijada izlanuvchi moddaning optik ko'rsatkichi o'zgarishi, hamda optik ko'rsatkichni modda eritmasining konsentratsiyasiga bog'liq xolati, ya'ni Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysinmasligi kuzatiladi.

3. Kolorimetrik tahlil uchun hosil qilingan rangli eritma ma'lum sharoitda, aniq rang hosil qiluvchi reaktiv miqdorida va hosil bo'lish oralig'i, hamda aniq xarorat jarayonida olib borishni talab etiladi. Masalan: ayrim modda eritmalar turg'un emas, havodagi kislotrod ta'sirida oksidlanishi, yorug'lik ta'sirida parchalanishi, yoki kogulyasiyaga uchrashi mumkin. Bunday xolatlarda yangi tayyorlangan reaktiv eritmalaridan, hamda eritmada moddani turg'unligini oshirish uchun stabilizatorlardan foydalanishni talab etadi yoki himoyachi kolloidlardan jelatina, kraxmallardan foydalaniladi.

4. Ko'proq kolorimetrik tahlilni olib borishda begona moddalar rang hosil qilishda xalaqit qilishi mumkin. Bunday xolatlarda niqoblash usullaridan foydalaniladi. Ular oksidlanish-qaytarish, kompleks birikma hosil qilish yoki ekstraksiya jarayonlari asosida amalga oshiriladi. Ayrim xolatlarda nur yutish oralig'ini o'zgartirish asosida, ya'ni xalaqit qiladigan moddani nur yutmaydigan oralig'ida aniqlashni olib borish tavsiya etiladi.

Fotometriya usulining oddiyligi, universalligi va tez olib borilishida nur yutishiga asoslanib moddani hamda tarkibidagi chiqindi moddalarni qoldig'ini ($10^{-6}\%$) gacha aniqlashni olib borilishi mumkin.

Ayniqsa sanoatda po'latni, ayrim rangli qotishmalarni va qora metallarni, yarim-o'tkazgichlarni, har xil modda eritmalarini, suv xavzalaridagi suvlarni sifatini aniqlashda keng qo'llanilmoqda.

6-MA'RUZA. SPEKTROFOTOMETRIYA. SPEKTROFOTOMETRIK USULDA QO'LLANILADIGAN SPEKTROFOTOMETRLAR VA KYUVETALAR HAQIDA MA'LUMOT. NUR YUTISH SPEKTRI HAQIDA MA'LUMOT.

Ma'ruza rejasi:

- 1.Spektrofotometriya usulining nazariy asoslari.
- 2.Spektrofotometr qurilmasining tuzilish sxemasi.
- 3.Detektorlar,nur manbai,kyuvetalar, svetofiltr haqida ma'lumot
- 4.Nur yutish spektri.

Tayanch so'z va iboralar: *SF,monoxromator,nur manbai,kyuveta, detektor,nur yutish spektri*

O'tkazuvchi muhit yutgan nurning solishtirma miqdori, tushayotgan nurning intensivligiga bog'liq emas. Bir xil qalinlikdagi xar bir qatlam eritmaning konsentratsiyasi o'zgaras bo'lganda tushayotgan monoxromatik nurni teng miqdorda yutadi.

Ma'lum bir qatlamdan o'tgan nurning intensivligi ikki barobar kamayadi deb faraz qilsak nur oqimi intensivligini o'tgan qatlamning qalinligiga bog'liqligini grafik ravishda ko'rsatish mumkin.

Bu bog'lanish quyidagicha matematik tenglama bilan ifodalanadi.

$$I_z = I_0 e^{-k\ell}$$

bunda I_z - qatlamdan o'tgan nurning intensivligi

I_0 - tushayotgan yorug'lik nurining intensivligi

k - yutilish koeffitsienti. (jismning nur yutilishini va uning xossasiga bog'liqligini xarakterlovchi koeffitsient).

ℓ - yutilish qatlami.

U tushayotgan nur intensivligini 10 marta kamaytirish uchun kerak bo'lgan nur yutuvchi qatlamning qiymatiga to'g'ri keladi.

Faraz qilaylik, eritmadan o'tganda yorug'lik nurining intensivligi 10 baravar kamaygan bo'lsin ya'ni

$$\frac{I_t}{I_0} = \frac{1}{10} \quad \text{бунда} \quad \frac{1}{10} = 10^{-1} \quad \text{булса} \quad 10^{-k\ell} = 10^{-1} \quad \text{ва} \quad k \cdot \ell = 1 \Rightarrow k = \frac{1}{\ell}$$

K - yutilish koeffitsienti faqat eritmadagi moddaning tabiatiga, tushayotgan nurning to'liq uzunligi va haroratga bog'liq.

Ber eritmalarda nurning yutilishini o'rganib, 1852 yilda yutilish koeffitsienti K ning nurni yutayotgan modda konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional ekanligini aniqladi.

$$K = \epsilon S \quad \text{bunda}$$

ϵ - yutilish koeffitsienti va u konsentratsiyaga bog'liq emas

Bu koeffitsient molyar so'ndirish koeffitsienti deyiladi.

S - moddaning konsentratsiyasi.

Buger-Lambert qonuni modda konsentratsiyasi o'zgaras bo'lganda nurning yutilishi yutuvchi qatlamning qalinligiga bog'liq ekanligini ifodalasa, Ber qonuni nurning yutilishi konsentratsiyaga bog'liqligini ifodalaydi:

Xar ikki qonun birlashtirilib Buger-Lambert -Ber qonuni deb qabul qilindi va quyidagi formula bilan ifodalanadi.

$$I_t = I_0 \cdot 10^{-\epsilon c \ell} \quad \text{ёки логарифмик холда} \quad \lg \frac{I_0}{I_t} = \epsilon c \ell$$

$\lg \frac{I_0}{I_t}$ kattalik nur yutayotgan moddaning optik zichligi deb ataladi va A harfi bilan belgilanadi.

Bu erda A - optik zichlik, nurning yutilgan miqdorini ifodalovchi, o'lchovi yo'q kattalik.

Buger-Lambert-Berning umumlashtirilgan qonuni quyidagicha ta'riflanadi:

Eritmaning optik zichligi bir xil sharoitda moddaning molyar sindirish koeffitsienti va yutish qalinligi bir hil bo'lganda, konsentratsiyaga to'g'ri proporsional.

Spektrofotometrik tahlil fotometriya usullaridan biri hisoblanadi. Biroq spektrofotometriya tahlilida eritmalarining nur yutish ko'rsatkichlarini aniqlashda monoxromatik nur orqali xam ko'rinuvchi, hamda unga yondosh spektrning UB va IQ sohalarida o'lchanadi. Spektrofotometriyada nur yutilishining to'liq uzunligiga bog'liqligi moddaning nur yutish spektri deyiladi.

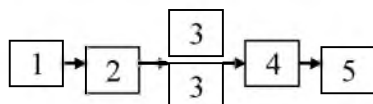


1-rasm. Spektrofotometr – Agilent 8354 va uning kyuvetasi.

Nur yutilishini o'lchashni ta'minlaydigan asbob ikki asosiy vazifani bajarishi kerak:

- 1) polixromat nurni parchalab, zarur bo'lgan to'liq uzunlikdagi nurni ajratib berishi kerak.
- 2) moddaning nur yutishini o'lchash imkonini berishi kerak.

Har qanday spektral asbob quyidagicha bo'limlar bilan ta'minlangan bo'ladi: nur manbai, bizga kerakli bo'lgan to'liq uzunlikdagi nurni ajratib beradigan qurilmasi (monoxromator yoki nurfiltr), kyuvetalar joylashtiriladigan bo'limi), detektor va indikator joylashgan bo'limi bo'ladi. Quyida absorbsion asboblarning asosiy qismlari sodda holda joylashtirilgani keltirildi:



Nurning yutilishini o'lchaydigan asbobning asosiy bo'limlari.

1. Nur manbai
2. Monoxromator yoki nurfiltr
3. Kyuvetalar
4. Signalni tok kuchiga aylanturuvchi asbob (detektor)
5. indikator

To'liq uzunlikning qaysi sohasida ishlashga qarab, manba, monoxromator va detektor tanlanadi.

Bu sxemada nur manbai, monoxromator va detektor asosiy qismlar hisoblanadi.

Shuning uchun ularga batafsilroq to'xtalamiz.

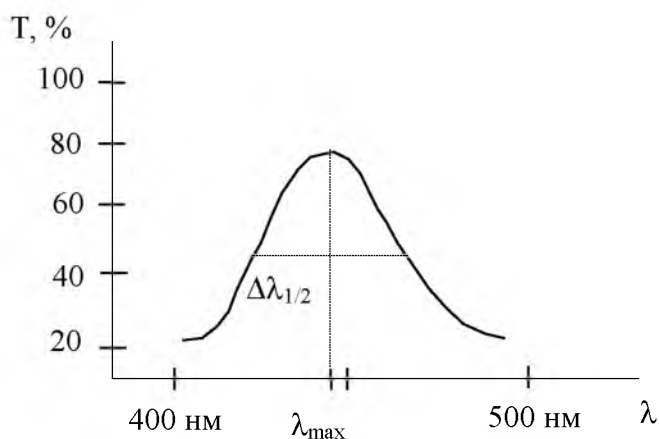
1. Nur manbai.

Ma'lum spektral sohada ishlash uchun asbob tegishli spektral intervalga va etarlicha intensivlikka ega bo'lgan nur manbai bilan jihozlangan bo'lishi kerak.

<i>Ultrabinafsha sohada UB</i>	Deyterili, vodorodli lampalar. Simobli lampalar ham chiziqli spektrlar beradi
<i>Ko'rinuvchan va yaqin infraqizil soha</i>	Odatdagi volframli lampalar.
<i>Fundamental va uzoq infraqizil soha</i>	Issiqlik nur manbalari, Nernst lampasi, Global (SiC)

2. Monoxromatorlar.

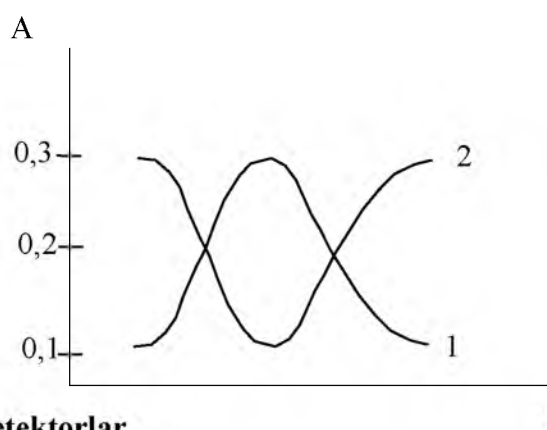
Yorug'lik filtrlari shishalar, jelatina, sellofanli moddalar yoki rangli suyuqliklar yorug'lik filtrlari bo'lishi mumkin. Bunday moddalar o'zidan qisqa intervaldagi to'liq uzunligiga ega bo'lgan nurlarni o'tkazadi. Har bir yorug'lik filtri $\lambda_{\max}$ o'tkazuvchanlik va maksimumning yarim kengligiga ega bo'lgan ma'lum egrisi bilan xarakterlanadi.



Maksimal o'tkazuvchanlikning yarim kengligi turli yorug'lik filtrlari uchun turlichadir. Uning qiymati 30-40 nm dan 100 nm gacha o'zgarishi mumkin. $\Delta\lambda_{1/2} = 100$ nm li yorug'lik filtrlari bilan jihozlangan asboblarda moddalrning spektral xarakteristikalarini olib bo'lmaydi. Bunday hollarda yorug'lik filtrlari miqdoriy aniqlashning sezgirliigi va aniqligini ma'lum miqdorda oshirish uchun xizmat qiladi. Bunday yorug'lik filtrlari FEK-M asboblariiga o'rnatilgan.

Fotoelektrokolorimetrlarga nisbatan yanada takomillashgan asboblari mavjud. Bunday asboblarda nurni monoxromatlash uchun prizmalar va difraksion panjaralar o'rnatilgan bo'lib spektrofotometrlar deyiladi.

SF-4 da dispergirlovchi prizma 200-1100 nm intervalida SFD-2 da difraksion panjara 220-1100 nm intervalida. Moddalar eritmalarini fotometrlashda yorug'lik filtrlari quyidagicha tanlanadi: bunda moddaniing nur yutish maksimumi sohasi, yorug'lik filtrining maksimal o'tkazuvchanlik sohasiiga to'g'ri kelishi kerak.



1- фотометрланадиган модданинг нур ютиш эгриси

2- Ёруғлик фильтрининг нур ытказувчанлик эгриси

3. Detektorlar.

Vizual asboblarda detektor vazifasini analiz qiluvchining ko'zi bajaradi. Ammo inson ko'zi ko'rinuvchan spektral sohanigina sezadi va turli odamda ko'zning sezgirliigi turlicha (ya'ni moda rangining intensivligini sezishi turlicha) bo'ladi. Bunday hollarda rang intensivligini baholashda turlicha sub'ektiv xatoliklarga yo'l qo'yish mumkin.

Hozirgi zamon asboblariida nur intensivligini o'lchashda detektor sifatida fotoelementlar qo'llaniladi. Fotoelementning ishlashi Stoletov qonuniga asoslangan. Nur ta'sirida modda sirtidan elektronlar uziladi, natijada modda zaryadlanadi. Bu hodisa yorug'lik kvanti energiyasi elektronni modda sirtidan

uzish uchun sarflanadigan ishdan va unga beriladigan kinetik energiyadan katta yoki teng bo'lgandagina amalga oshadi:

$$E = h \cdot \nu = \frac{h \cdot c}{\lambda} \geq A_{\text{уик}} + E_{\text{кин}}$$

Har bir yorug'lik sezuvchi modda uchun nurning ma'lum to'liq uzunligi λ mavjud, u fotoeffekt hodisasi boshlanadigan **fotoeffekt ostonasi** deyiladi.

Fotoelementlar ma'lum to'liq uzunligidagi elektromagnit nurlariga spektral sezgirligi va integral sezgirligi bilan xarakterlanadi.

Sezgirlikning spektral taqsimlanishi yorug'lik sezuvchi qatlamning tabiatiga va haroratga bog'liq bo'ladi.

Stoletov qonuni bo'yicha fototok kuchi fotoelementga tushayotgan nurlanish intensivligiga to'g'ri proporsionaldir. Qat'iy proporsionallik monoxromatik nurlar uchungina o'rindir.

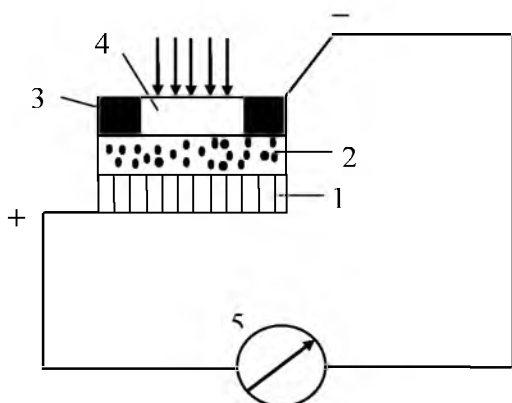
Ta'sir etish prinsipi asosida fotoelementlar 3 ga bo'linadi.

1) Berkiriladigan qavatli fotoelementlar (ventilli ham deyiladi) (ruscha fotoelementы с запирayuhim sloem).

2) Tashqi fotoeffektli fotoelementlar (vakuumli yoki gaz to'ldirilgan).

3) Ichki fotoeffektli fotoelementlar (fotoqarshiliklar).

Ventilli fotoelementlar quyidagicha tuzilgan: YArim shaffof metall plastinkasi va yarim o'tkazgich orasidagi chegaralari berkitiladigan qavat sifatida xizmat qiladi, chunki bu qavat metall plyonkadan yarim o'tkazgichga qarab faqat bir yo'nalishda o'tkazadi.



Темирдан қилинган пластинкага ярим отказгичнинг қатлами орнатилган *селен, мис(І)оксид, кумуш сульфиди) ва устидан ярим шаффоф металлнинг ультра юпка плёнкаси опланган (Au, Ag, Pt, Cu).

1-temir elektrod; 2-selenli yarim o'tkazgich; 3-metall halqa; 4-oltin plyonkali elektrod; 5-galvanometr.

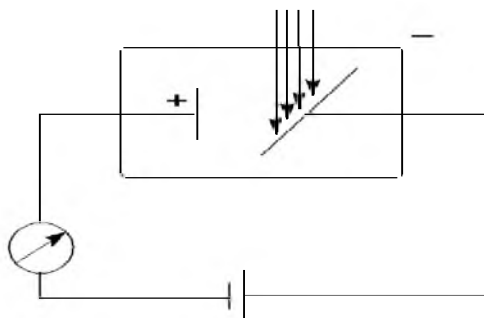
Fotoelementga yorug'lik nurlari tushirilganda yarim o'tkazgichdagi elektronlar qo'shimcha energiya oladi va bekituvchi qatlamdan o'tib, yarim shaffof metal plyonkaga keladi. Bu elektronlar galvanometr va temir elektrod orqali o'zining dastlabki o'rniga -yarim o'tkazgichga keladi. SHu bilan zanjir ulanadi va unda fototok hosil bo'ladi. Fotoelement -bu yorug'lik energiyasini elektr energiyasiga aylantirib beruvchi asbobdir.

Fotoelementga qanchalik yorug'lik ko'p tushsa, unda shuncha ko'p tok hosil bo'ladi.

Selenli fotoelement ko'zga ko'rinuvchan nurlar sohasida ishlaydi. Selen o'rniga kumush va talliy sulfidlari ishlatilsa ham bo'ladi. Ularning spektral sezgirlik sohasi yanada kengroqdir.

Tashqi fotoeffektli fotoelementlar.

Bunday fotoelementlarning tishlash prinsipi yorug'lik nuri ta'sirida elektronlarning "sezgir qatlam" katoddan anodga o'tishiga asoslangan.



Tashqi fotoeffektli fotoelementlardan ko'proq tarqalgani surma-seziyli va kislorod-seziylilaridir.

Surma-seziyli UB va ko'rinuvchan nurlar sohasida ishlaydi.

Kamchiligi: tashqi kuchlanishdan foydalaniladi.

Bu fotoelementlarning spektral sezgirligi ancha keng bo'lganligi uchun spektrofotometrlarda ishlatiladi.

Ichki fotoeffektli fotoelementlar (fotoqarshilik)

Bunday fotoelementlarning ishlash prinsipi yorug'lik nurlari ta'sirida yarim o'tkazgichlar qarshiliklarining kamayishini o'lchashga asoslangan. Yarim o'tkazgichlar sifatida talliy oksidi va sulfidi aralashmasi, qo'rg'oshin sulfidi hamda selendan foydalaniladi.

Bunday fotoelementlar spektrning infraqizil sohasida sezgirdir.

Bunday fotoqarshilikli fotoelementlarning kamchiligi temperatura o'zgarishlariga sezgirligi va yuqori inersionligidir.

Fotoelementlar bilan ishlashda ularning quyidagi xossalarini e'tiborga olish lozim:

- 1) fotoelementlarning qarishi;
- 2) fotoelementlarning charchashi
- 3) fotoelement sirti turli qismlari sezgirligining bir xil emasligi.

Spektrofotometrlar

Qayd qilinmaydigan spektrofotometrlar SF-4, SF-4A, SF-16.

Nur manbai: vodorodli va deyteriyli lampalar UB sohada 186-380nm.

cho'g'lanish lampasi ko'rinuvchan va IQ sohada 350-1100nm.

Monoxromator-dispergirlovchi prizma.

Detektorlar: surma-seziyli fotoelement 186-650nm.

kislorod-seziyli fotoelement 600-1100nm.

Bunday spektrofotometrlar 1 ta nur yo'liga ega bo'lgan asboblarga kiradi.

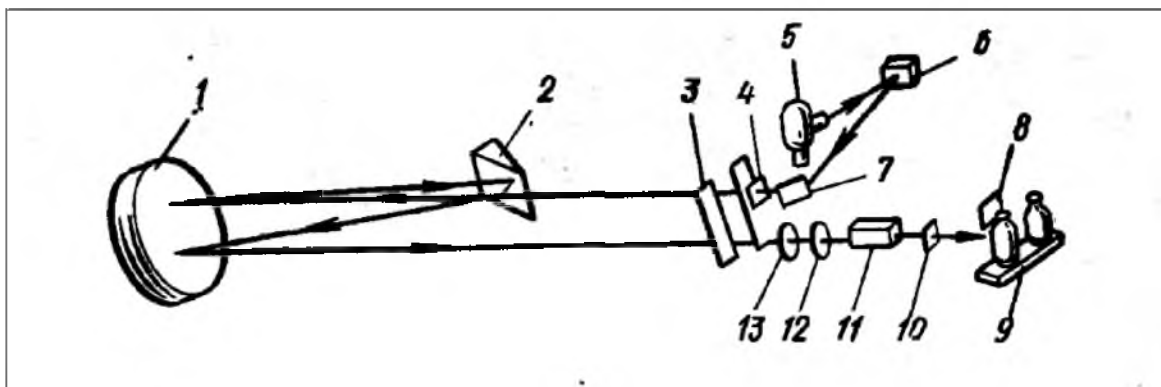
Qayd qilinadigan spektrofotometrlar SF-10, SF-14, SF-26, SF-46 va boshq.

Bunday asboblarning eritmalarning nur yutish spektrlarini va qattiq hamda kukun holidagi rangli moddalar spektrlarini o'zi chizadi. Nur yo'liga bu moddalarni qo'yib, asbob elektr tokiga ulansa sxema asosida asbob o'zi spektrni chizadi.

Spektr yozuvi 2 minutdan 12 minutgacha davom etadi. Ikkilangan monoxromatorlar ishlatiladi. Nur manbai-cho'g'lanish lampasi. Ish diapazoni 400dan 750nm gacha.

SF-10 va SF-14 2ta nur yo'liga ega.

SF-26 va SF-46 lar esa 1ta nur yo'liga ega.



2-rasm. SF-4 spektrofotometrini optik chizmasi.

1-oynali ob'ektiv; 2- disperlovchi kvarsli prizma; 3- tirqish(shel); 4-kvarsli plastinka; 5-nur manbaasi; 6-oynali kondensator; 7-tekis yuzli oyna; 8-shtorka; 9-fotoelement; 10-kfavsli plastinka; 11-kyuveta; 12-svetofiltr; 13-kvarsli linza.

7-MA`RUZA. UB-SPEKTROFOTOMETRIK USULDA DORI VOSITALARI CHINLIGINI VA MIQDORINI TAHLIL QILISH ASOSLARI

Ma'ruza rejasi:

1. Spektrofotometrik usulda dori vositalari chinligini tahlil qilish asoslari
2. Spektrofotometrik usulda dori vositalari miqdorini tahlil qilish asoslari

Tayanch soʻz va iboralar: *Vizual kolorimetriya, Diferensial spektrofotometriya, suyultirish usuli, kolorimetrik titrlash*

Fotometriyada qo'llaniladigan moslamalarga, fotometriyani olib borish sharoitlariga, moddalarni fizik-kimyoviy xususiyatlariga qarab moddalarni nur yutish spektriga asoslanib, ularni konsentratsiyalarini aniqlash turlicha usulda olib boriladi. Fotometriya usulida standart va tekshiriluvchi modda eritmalarini konsentratsiyasini aniqlash bir xil sharoitda olib borilishi lozim. Fotometriyada moddalarni miqdori:

1. Vizual kolorimetriya
2. Fotokolorimetriya.
3. Spektrofotometriya usullarida olib boriladi.

Vizual kolorimetriya

1. Standart eritmalarini solishtirish. Bir xildagi kolorimetrik probirkalarga, bir xil hajmdagi standart va tekshiriluvchi modda eritmaları solinib, ranglar solishtiriladi va tekshiriluvchi rangli eritmani rangi qaysi standart eritma rangiga to'g'ri kelgan miqdori asosida aniqlanadi.

2. Kolorimetrik titrlash. Bir xil o'lchamli 2 ta probirka yoki silindrga tekshiriluvchi rangli eritma va tozalangan suv solinadi. So'ngra tozalangan suvli probirkaga byuretkadan rangli standart eritma birinchi probirkadagi rangga to'g'ri kelguncha aralashtirib qo'shiladi.

Noma'lum tekshiriluvchi modda eritmasi miqdori, qo'shilgan standart eritma miqdoriga tenglab hisoblanadi.

3. Tenglashtirish usuli. Bu usul bo'yicha tekshiriluvchi eritma konsentratsiyasi shu eritmaning nur yutish intensivligini standart eritma intensivligi bo'yicha quyidagi usullarda tenglashtirib aniqlashga asoslangan.

a). Suyultirish usuli. 2 ta aniq o'lchamli grafirlangan probirkalarda tekshiriluvchi va standart moddalarni rangli eritmaları tayyorlanadi. So'ngra rangi kuchli bo'lgan eritmaga erituvchi (tozalangan suv) solinib ranglar tenglashtiriladi. Tekshiriluvchi moddani noma'lum konsentratsiyasi quyidagi formula asosida aniqlaniladi.

$$q_x = q_{st} \frac{V_x}{V_{st}} \quad \text{yoki} \quad q_x = q_{st} \frac{h_x}{h_{st}}$$

bunda: q_{st} - standart eritma tarkibidagi modda miqdori.

V_x, V_{st} - tekshiriluvchi va standart eritmalar hajmi

h_x, h_{st} - tekshiriluvchi va standart eritmalar balandligi.

b) Quyib olib, kolorimetrdagi nur yutish ko'rsatkichini tenglashtirish usuli. 2 ta bir xil jo'mrakli silindrga (Tener ilindri) standart va tekshiriluvchi moddalarning rangli eritmalarini solinadi. So'ngra nur yutish o'atlamini (l) o'zgartirish (jo'mrakdan suyuqlikni chiqarish) bilan tekshiriluvchi eritma va standart eritma nur yutish intensivligi tenglashtiriladi.

Bunda $D_x = D_{st}$ bo'ladi.

$D_x = \epsilon C_x l_x$ va $D_{st} = \epsilon C_{st} l_{st}$. Bu erda $S_x l_x = C_{st} l_{st}$

l_x va l_{st} qatlam qalinliklari hisoblangach S_{st} ma'lum bo'lgani tufayli

$$S_x = \frac{C_{st} \cdot l_{st}}{l_x} \quad \text{bo'ladi.}$$

v) CHo'ktiriluvchi kolorimetrlarda nur yutish ko'rsatkichlarini tenglashtirish usuli. Bunda tekshiriluvchi va standart rangli eritmalarini nur yutish ko'rsatkichlari kolorimetrlardagi prizmalarni joylashishini o'zgartirish bilan olib boriladi. Hisoblash Yuqoridagi kabi bajariladi.

FEK-56 fotometriada rangli eritmalar miqdorini aniqlash, vizual kolorimetriyadan deyarli farq qilmaydi.

Fotokolorimetrik va spektrofotometrik tahlillarda asosan quyidagi usullardan foydalaniladi.

1. Solishtirish usuli,
2. Absolyut Kalibrlash (chizma grafigi) usuli,
3. Qo'shish usuli, qo'shib aniqlash usuli
4. Differensiallash usuli,
5. Rangli reaktivlar qo'llab tahlil qilish usuli,
6. Estraksion-fotometriya usuli,
7. Rangli eritmalar aralashmasini aniqlash usuli.

1. Solishtirish usuli - bunda tekshiriluvchi xamda standart moddalar rangli eritmalarini bir xil qalinlikdagi kyuvetada optik zichliklari solishtirib aniqlanadi :

D_x va D_{st} uchun $l_x = l_{st}$.

Fotometriyaning asosiy qonuni qo'llanganda

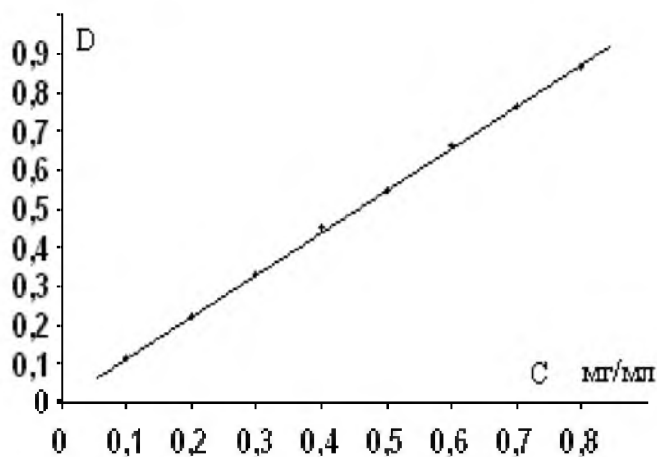
$$D_x = \epsilon C_x l; \quad D_{st} =$$

$\epsilon S_{st} l$. tenglamasi hosil bo'ladi.

Bu tengliklarni noma'lum konsentratsiyasi (S_x) nisbatan olib hisoblash formulasi quyidagicha:

$$S_x = C_{st} \frac{D_x}{D_{st}}$$

2. Grafik kalibrlash (chizma) usuli. bunda bir necha standart, ya'ni ma'lum miqdorda tekshiriluvchi modda saqlagan, eritmalarini optik zichliklari aniqlanadi. Olingan natijalar asosida kalibrlash grafik chizmasi chiziladi. Absiss o'qlariga standart eritma konsentratsiyasi ko'rsatkichlari, ordinat o'qiga shu eritmalarini optik zichliklari qo'yiladi. So'ngra tekshiriluvchi modda eritmalarini optik zichliklari aniqlanilib, chizma asosida uni konsentratsiyasi, ya'ni miqdori topiladi. Bu usul ko'p sonli moddalarni eritmalarini aniqlashda qo'llaniladi.



$$\operatorname{tg} \alpha = \frac{D}{S} \quad S = \frac{D}{\operatorname{tg} \alpha}$$

3. Oo'shib aniqlash usuli. Tekshiriluvchi modda eritmasini optik zichligi (D_x) o'lchanadi. So'ngra unga modda eritmasidan aniq miqdor qo'shiladi va yana aralashmani optik zichligi (D_{x+a}) o'lchanadi. Tekshiriluvchi moddani noma'lum konsentratsiyasi shu eritmaning optik zichligini aralashma optik zichligi bilan solishtirib aniqlanadi. Fotometriyaning asosiy qonuni bo'yicha

$$D_x = \epsilon C_x I \text{ va } D_{x+a} = \epsilon I (C_x + C_a) \text{ hosil bo'ladi.}$$

Bu tenglamalarni matematik nisbiy echimi asosida S_x ni quyidagi formula asosida topiladi.

$$S_x = S_a \frac{D_x}{D_{(x+a)} - D_x}$$

Bunda S_a - aniqlanuvchi eritmaga qo'shilgan eritma konsentratsiyasi.

Qo'shish usuli asosan fotometriya usulida noma'lum eritma hamda standart qo'shiladigan eritmalar uchun bir xil sharoitda olib borilganligi tufayli, bo'lishi mumkin bo'lgan aralashmalarning salbiy ta'sirini kamaytirib, usul sezgirlikni va aniqlik darajasini oshiradi.

4. Diferensiallash usuli. Bu usulda tekshiriluvchi xamda standart modda eritmalarini optik zichliklari Yuqorida ko'rsatilgan usullardagidek optik zichligi nol bo'lgan reaktiv aralashmalariga nisbatan emas, balki konsentratsiyasi ma'lum bo'lgan, rangli, ammo S_0 nol deb qabul qilingan modda eritmasiga nisbatan o'lchanadi. Eritma rangi odatda tekshiriluvchi modda eritmasi konsentratsiyasiga yaqin tayyorlanadi. Aniqlanishi lozim bo'lgan modda miqdori (S_x) nisbiy optik zichlik-konsentratsiya asosidagi kalibrovkali chizma asosida, yoki quyidagi formula asosida hisoblab topiladi.

$$S_x = S_0 + F D_x$$

Bunda G' - hisoblash faktori bir nechta standart eritmalaridan asosida quyidagi formula asosida hisoblab topiladi:

$$G' = \frac{S_{st} - S_0}{D_{st}} = \frac{\Delta C}{D_{st}}$$

D_x va D_{st} - tekshiriluvchi va standart eritmalarni nisbiy optik zichligi.

S_{st} - standart eritmalarni konsentratsiyasi.

Diferensiallash usuli asosan katta konsentratsiyadagi modda miqdorini aniqlashda, uni aniqlik darajasini oshirish oraliq komponentlarni salbiy ta'sirini yo'qotish hamda reaktivlarni nur yutishini yo'qotish, maqsadida qo'llaniladi. Bu usul boshqa usullardan farqli o'laroq, eritmadagi modda konsentratsiyasining yuqoriligi tufayli fotometriyaning asosiy qonuniga bo'ysunmaganda, eritmani optik zichligini aniqlashda moslamani shkalasi etmaganda, hamda modda eritmasini suyultirish maqsadga muvofiq bo'lmagan xollarda qo'llanishi mumkin.

Diferensiallash usuli o'zining bir necha variantlarda bo'lishi mumkin, ular $S_0 < C_x$ yoki $S_0 > C_x$ ikki tarafdin differensiallash va qo'shib differensiallash usullaridir. Bu usul asosan eritmalaridagi asosiy komponentni tuz eritmalarini, qotishmalar va boshqalarda aniqlash uchun qo'llaniladi.

5. Rangli eritmalar ishtirokida tahlil qilish. Agarda tekshiriluvchi eritmada rangli qo'shimcha modda, yoki tahlil uchun rangli reaktiv ishlatilsa, unday xolatlarida tekshiriluvchi eritmani optik zichligi tekshiriluvchi modda saqlamagan, ammo rangli qo'shimcha modda yoki rangli reaktiv saqlagan eritmalar aralashmasiga nisbatan solishtiriladi. Yoki tekshiriluvchi eritma, hamda rangli aralashma yoki rangli reaktiv saqlagan eritmalarini optik zichliklari toza erituvchiga nisbatan solishtiriladi (tozalangan suv). Bunda tekshiriluvchi eritma konsentratsiyasi tekshiriluvchi eritma optik zichligi hamda rangli aralashma yoki rangli reaktiv saqlagan eritma optik zichligi orasidagi farqni hisoblagan xolda aniqlanadi.

6. Ekstraksiya-fotometriya usuli. Ekstraksiya-fotometriya usuli asosan tekshiriluvchi moddani ayrim reaktivlar bilan hosil qilgan rangli mahsulotini ekstraksiya usulida ajratib olinib, so'ngra fotometriya usulida aniqlashga asoslangan. Bu usul ko'proq murakkab aralashmalar tahlilida, ya'ni moddani kam miqdorini boshqa moddani ko'p miqdordagi aralashmasidan aniqlash lozim bo'lsa, ba'zi kam miqdordagi modda aralashmasini asosiy komponent ichida aniqlash qiyin bo'lgan xollarda qo'llaniladi. Bu usulni yana bir ijobiy tomoni ekstraksiyalab olinganda tekshiriluvchi moddani konsentratsiya si oshiriladi. SHuning uchun ekstraksiya-fotometriya usuli dori moddalar va ularni tarkibidagi bo'lishi mumkin bo'lgan aralashmalarni aniqlashda keng qo'llaniladi.

7. Rangli eritmalar aralashmalarini aniqlash - o'zaro bir-biri bilan kimyoviy ta'sirga ega bo'lmagan rangli eritmalarini optik zichliklari shu eritma- larni ma'lum bir to'lqin uzunlikdagi optik zichliklarini yig'indisiga teng.

$$D\alpha_1 = d_1 \alpha_1 + d_2 \alpha_1 + \dots d_n \alpha_1$$

$$\text{Har bir eritmani optik zichligi... } d_1 \chi_1 = E_1 \chi_1 \cdot I C_1$$

Fotometriya tahlillaridagi xatoliklar manbai.

Ba'zi xollarda tekshiriluvchi modda eritmalarini dissotsiyanadi, polimerlanadi, erituvchilar yoki eritma tarkibidagi moddalar bilan o'zaro kimyoviy ta'sirlanadi. Natijada eritmani nur yutishi o'zgaradi. Bunday xolat ayniqsa konsentrlangan eritmalarida ko'proq sodir bo'ladi. Bu jarayonlar sodir bo'lganda eritmani optik zichligi konsentratsiyasiga bog'liq bo'lmagan xolda o'zgaradi, ya'ni nur yutish qonuni buziladi. Nur yutishni konsentratsiyasiga bog'liqlik grafigi to'g'ri chiziq asosida bo'lganda fotometriya qonuni saqlanadi. SHuni takidlab o'tish lozimki fotometriya qonuni modda konsentratsiyasini ma'lum chegarasida, rN muhitda, reaktivlarni ma'lum miqdorida, ma'lum xaroratda va ma'lum bir vaqtda saqlanadi. Bu sharoitlardan biror biri buzilsa, u ma'lum xatoliklarga olib keladi. Ayrim birikmalar xavo kislorodi ta'sirida oksidlanishi, nur ta'sirida parchalanishi, koagulyatsiya va boshqa sabablar ta'sirida o'zgarishi mumkin. Bunday sharoitlarda yangi tayyorlangan eritmalar tarkibiga stabilizatorlar qo'shib, ximoya kolloidlari (jelatina, kraxmal) ishlatiladi.

Ko'pchilik xolatlarida fotometriyaga rangli yot moddalar yoki ularni reaktiv bilan xosil qilgan rangli birikmalari rangli eritma olishga xalaqit beradi. Bunday xolatlarida niqoblash usullari

qo'llaniladi (oksidlash, kompleks birikmalar xosil qilish, ekstraksiyalab ajratish. Ba'zan tekshiriluvchi moddani aniqlash xalaqit beruvchi modda nur yutmaydigan to'lqin uzunligida olib boriladi.

Yuqorida aytib o'tilgandek xatolikni kamaytirish maqsadida solishtirish, qo'shimcha qo'shish, differensiallash usullardan xam foydalaniladi.

Agar aniqlanuvchi modda rangli bo'lsa, lekin kolorimetrlanuvchi modda bilan birikma hosil qilmasi, u xolda optik zichlik bunday reaktiv qo'shishdan oldin va reaktiv qo'shgandan keyin aniqlaniladi.

Uning soddaligi, universalligi va tez bajarilishi tufayli, nur yutish yordamida asosiy komponentlarni aralashmadan ayniqsa (mikroprimesslarni) kam miqdorli qo'shimcha moddalarni (10^{-6} % gacha) aniqlashda keng qo'llaniladi. Misol sifatida po'lat, rangli qotishmalar, qora metallar, lyumoforlar yarim o'tkazgich materiall va turli eritmalar suv tarkibini aniqlashlarni shu usulda bajarilishini ko'rsatish mumkin.

Fotometrik usulni qo'llashda rangli eritmalar tanlash murakkab tarkibga ega bo'lgan dori shakli tarkibidagi biror bir moddani aniqlashga erishiladi. Masalan: fenolgipoxlorid yordamida olib boriladigan reaksiya asosida kodeinni murakkab tarkibli aralashmadan aniqlash mumkin. Bunda kodeinni aniqlanishida 20 taga yaqin moddalarni xalaqit bermasligi kuzatiladi.

Paratsetamolni miqdoriy tahlilini fotokolorimetrik usulda olib borishda tarkibida analgin, kofein va salitsilat tuzlari bo'lgan taqdirda, paratsetomolni avval gidrolizga uchratib, so'ngra gidroliz mahsulotiga diazotirovka reaktivdan qo'shish yordamida azobo'yoq hosil qilib miqdori aniqlanadi.

Fenatsetinni dori shakllari tarkibidan (atsetil salitsil kislotasi va kodein) xromat kislotasi va ammoniy sitrat ishtirokida hosil bo'lgan rangli eritmani fotokolorimetrik usulda aniqlashni amalga oshiriladi.

Spektrofotometrik usulda moddalarni miqdoriy tahlilini olib borishda murakkab tarkibdagi ayrim komponentlarni aniqlashda bir xil nur yutish to'lqin uzunligida optik ko'rsatkichini aniqlash mumkin. Spektrofotometrik usulda ikkita va undan ortiq tarkibdagi moddalarni nur yutish xususiyatiga asoslanib quyidagicha olib boriladi.

1. Dori shakli tarkibida ikkita moddadan tashkil topgan, uning bittasi UB nurini ma'lum to'lqin uzunligida yutsa, tarkibidagi ikkinchi modda UB nurini yutmasa, u xolda spektrofotometrik usulni xuddi bir komponentli moddalarni aniqlanishidek qo'llashni talab etiladi.

2. Agarda ikki komponentli dori shakli tarkibidagi moddalar har xil nur yutish to'lqin uzunliklariga ega bo'lsa, u xolatda moddalarni ajratmasdan o'ziga to'g'ri keladigan yuqori nur yutish to'lqin uzunligida tahlili olib boriladi.

Spektrofotometrik usulda miqdoriy tahlilini olib borish:

V - suyultirilgan hajmi

a - aniq tortma

D_0, D_1 – standart va aniqlanuvchi eritmalarning optik ko'rsatkichi

C_0 – standart eritmaning konsent-si

Tabletka tarkibidagi moddani gramm miqdori (x).

$$X_{gr} = \frac{D_1 \cdot C_0 \cdot Vq}{D_0 \cdot \alpha} \quad q - \text{tabletkaning o'rtacha og'irligi, gramm.}$$

Spektrofotometrik aniqlashning metrologik kattaliklari.

Hisoblashlar natijasida molyar yutish koeffitsientining 10^5 (amalda $10^3 - 10^4$), bo'lishi optik ko'rsatkichning minimal qiymati 10^{-2} va o'tkazish qatlamining qalinligi ko'pchilik analitik o'lchashlar uchun 1sm bo'lishi aniqlangan. SHundan kelib chiqilsa, spektrofotometrik o'lchashlarning sezuvchanligi $10^{-7}M$ (ko'pchilik xollarda $10^{-4} - 10^{-6}M$) bo'ladi.

Fotometrik aniqlashlarda kuzatiladigan tasodifiy xatolar eritma tayyorlash aniqlanadigan moddani yutadigan ko'rinishga aylantirish, begona moddalar ta'siri, boshqalar asosida yuzaga keladi. Bunga

kyuveta va etalon eritma tanlash xatolari ham kiradi. Nur manbasiga berilayotgan kuchlanishning o'zgarib turishi, ham nurga ta'sir qilmay qolmaydi. Bularning hammasi aniqlanishning qayta takrorlanuvchiligiga katta ta'sir ko'rsatadi. Tajribalarning ko'rsatkichiga D va T ni o'lchash xatolari ham sezilarlidir. SHuning uchun ham optik ko'rsatkichni o'lchash xatosi, uning minimal qiymati ikkilanganidan katta bo'lmasligi kerak.

8-MA'RUZA. NEFELOMETRIYA VA TURBODIMETRIYA, NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALAR TAHLILIDA QO'LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Nefelometrik tahlil usulining nazariy asoslari
2. Turbidimetriyaning nazariy asoslari.
3. Fototurbidimetrik titrlash.

Tayanch so'z va iboralar: *Nefelometriya, Tindal effekti, Releya tenglamasi, Turbidimetriya.*

Nefelometrik va turbidimetrik tahlil usullari

Nazariy asoslari.

Yorug'lik oqimini eritmadagi qattiq jismlarning kichik zarralari orqali (dispers sistema) o'tganida yorug'lik yon tomonga sinadi (loyqalanish kuzatiladi). Agar yorug'lik to'liq uzunligi zarrachalarning chiziqli o'lchamlaridan kichik bo'lsa, u xolda zarracha va erituvchi chegarasida yorug'lik nur sinishi bilan va yorug'likni zarrachalardan qaytishi bilan aniqlanadi.

Agar yorug'likning to'liq uzunligi zarrachalarning chiziqli o'lchamlaridan katta bo'lsa, u xolda yorug'lik to'liqining difrak siyasi ro'y beradi va Tindal effekti hosil bo'ladi. Sinish intensivligi, nurni sindiruvchi zarrachalar sonini oshishi bilan kuchayadi.

Moddalar konsentratsiyasini aniqlash usullari bo'lgan ikkita bir-biriga yaqin analitik usullar nefelometriya, turbidimetriya shu xodisalarni o'rganishga asoslangan.

Turbidimetrik aniqlashlarda tushayotgan yorug'lik nuri yo'nalishida kyuvetadan chiqayotgan yorug'lik oqimini quvvati o'lchanadi.

Nefelometrik aniqlashlarda birlamchi yorug'lik nuriga nisbatan perpendikulyar yo'nalishda singan yorug'lik quvvati bilan o'lchanadi.

11 eritmada 100 mg erishi qiyin bo'lgan moddalarni saqllovch eritma nefelometrik (turbodimetrik) aralashma deb ataladi. Zarrachalar sindirgan nurni o'lchash uchun etarli bo'lgan vaqt oralig'ida, doimiy nurni qaytaradi. Suyuqlikning mayda zarrachalari tomonidan sinayotgan yorug'lik oqimining quvvati Releya tenglamasi bilan aniqlanadi.

$$W_p = KW_0 \frac{V^2 C}{\delta \lambda^4} \cdot \frac{(n_1^2 - n_2^2)}{(n_1^2 - 2n_2^2)}$$

K - koeffitsent

V - osilmadagi zarrachalarning o'rtacha hajmi

S- zarrachalar konsentratsiyasi

δ- modda zarrachalarining zichligi

λ- tushayotgan yorug'lik to'liq uzunligi

n₁- osilmadagi zarrachalarning nur sindirish ko'rsatkichi

n₂- eritmani nur sindirish ko'rsatkichi.

W₀ – eritmaga tushayotgan yorug'lik oqimining quvvati.

Tenglamani ko'rinishicha, nurni sochadigan zarrachalarning hajmi katta ahamiyatga ega. SHuning uchun ham aniqlanadigan modda va standartning muallaq zarrachalarini hosil qilish sharoiti bir xil bo'lishi kerak. Bu usullar cho'kmaydigan muallaq zarrachalar hosil qiladigan moddalarning kam

miqdorin aniqlash uchun qo'llaniladi. Masalan: sulfatli, bariy sulfatning, xloridli kadmiy, xloridni muallaq zarrachalari xolida aniqlashni keltirish mumkin.

Ushbu eritma uchun v , δ , n qiymati reagentlarning aralashish tezligi, aralashtirish tezligi, xaroratiga, rN -sharoiti, begona ionlarning mavjudligi, tushayotgan yorug'likning to'lqin uzunligi va o'lchash asboblari imkoniyatlariga bog'liq bo'ladi.

Yuqorida gi sharoitlar doimiy bo'lganda v , δ , λ , n_1 , n_2 kattaliklar doimiy bo'ladi. Barcha doimiy kattaliklarni (2.1) tenglamaga o'zgaras songa birlashtirib formulani quyidagicha ko'rinishda yozish mumkin:

$$W_r = K \cdot S \quad (2.2)$$

Boshqacha qilib aytganda sinayotgan nur oqimining quvvati, suspenziyadagi zarrachalar konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional. Zarrachalarning formasi va o'lchamlari bir xil bo'lgan ikkita loyqa muhit uchun singan nur quvvatlarining nisbati zarrachalar konsentratsiyasi nisbatiga proporsionaldir.

$$\frac{W_r}{W_r} = \frac{S_1}{S_2} \quad S_1 = \frac{W_r}{S_2} \cdot S_2 \quad (2.3)$$

SHulardan xulosa qilib, (2.3) tenglama nefelometrik aniqlashlarda ishlatiladi.

Turbidimetrik tahlillarda suspenziya orqali o'tgan yorug'lik quvvati va zarrachalar o'lchami orasidagi bog'lanish quyidagi taqribiy tenglama bilan aniqlanadi.

$$A = l_g \frac{W_0 L}{W r^4 - \dot{L}} = K_1 \frac{S \cdot r^3}{\dot{L}^4} \quad (2.4)$$

Bu erda

A - nur sinish qobiliyati, (optik zichlikka o'xshagan katta lik)

W_0 - suspenziyaga tushayotgan yorug'lik oqimining quvvati.

W - suspenziyadan o'tgan yorug'lik oqimining quvvati.

L - yutuvchi qatlam qalinligi.

r - zarrachalarning o'rtacha diametri.

λ - tushayotgan yorug'likning to'lqin uzunligi

L - suspenziyaning tabiatiga va o'lchov uslubiga bog'liq bo'lgan proporsionallik koeffitsenti.

K – proporsionallik koeffitsenti.

2.4. tenglama faqat juda kuchli suyultirilgan suspenziya lar uchun qo'llash maqsadga muvofiqdir.

Turbidimetrik aniqlashlarda bir xil asbobdan foydalaniladi. Suspenziyalarni aniq tarkibda tayyorlanadi. Boshqacha qilib aytganda barcha o'lchovlar belgilangan qiymatlarda olib boriladi. 2.4 tenglamadan barcha doimiy kattaliklarni umumiy o'zgaras songa birlashtirilganda soddaroq tenglama hosil bo'ladi.

$$A = K \cdot L \cdot S$$

Bu nisbat rangli eritmalarda yorug'lik yutilishini aniqlaydigan Buger - Lambert - Ber tenlamasiga o'xshashdir.

2.1 va 2.4 tenglamalarda singan va yutilgan nur intensivligi suyuqlikdagi zarrachalar o'lchamlarida bog'liqligi kelib chiqadi. Suspenziyadagi zarrachalar kogulyasiyasini oldini olish uchun suspenziyaga ko'pincha stabillashtiruvchi kolloidlar (jelatin, kraxmal va boshqalar) qo'shiladi.

Nefelometrik va turbedimetrik aniqlashlar fotometrik

aniqlashlar sezgirligi bilan taqqoslasa bo'ladi. Bu usullar

ishlab chiqarishda va laboratoriyalar sharoitida cheklangan xolatlarda ishlatiladi. CHunki suspenziyada, bir xil o'lchamli zarrachalar hosil qilish qiyindir. Nefelometrik va turbidimetrik

aniqlash usullarini mumkin bo'lgan xolatlarda boshqa fotometrik, elektrometrik tahlil usullari bilan almashtiriladi.

O'lchov asbob uskunalari

Nefelometrlar. Nefelometrik tahlillar nefelometrlar yordamida bajariladi. Bu asboblarda tushayotgan nur yo'nalishiga 90^0 burchak ostida singan nurni aniqlashga moslangan qurilmaga ega.

NFM nefelometri kolloid eritmalarining, suspenziya va

emulsiyalarning konsentratsiyasini aniqlashga mo'ljallangan. Asbob ikki yorug'lik oqimlarining birinchisi osilmadan sinayotgan, ikkinchisi - asbobning shishali buruvchi qismidan o'tayotgan nurlarni tenglash prinsipiga asoslangan. Oqimlardan birining quvvatini diafragma yordamida o'zgartirib nur oqimlari tenglashtiriladi.

Fototurbidimetrik titrlash

Turbidimetrik tahlillarda juda suyultirilgan dispers sistemalar uchun fotometrik tahlil qonunlariga amal qiladi. Bir xil optik xususiyatga ega bo'lgan suspenziyalarni olish uchun harorat doimiyligiga, eritmalarining aralashish tartibi va aralashish tezligiga qat'iy rioya qilish kerak, eritmalarining nisbiy to'yinganligi begona moddalarning mavjudligi katta ahamiyatga ega. Fototurbidimetrik titrlash usuli bilan oxirgi nuqta aniqlanganda uchratilgan qiyinchiliklar nazarga olinmaydi.

Fototurbidimetrik titrlashda fotokolorimetrik titrlash usulini qo'llab bajarish mumkin. Bunda tekshiriluvchi eritma saqlagan kyuvetaga byuretkadagi reagent eritmasidan oz-ozdan tomchilab qo'shiladi.

Reagent aniqlanuvchi ion bilan kam eruvchan birikma hosil qilishi zarur. Har bir qism reagent qo'shilganda galvanometr ko'rsatkichi yozib boriladi. Titrlashning oxirgi nuqtasida maksimum loyqalanish kuzatiladi, bu galvanometr strelkasi bo'yicha minimal ko'rsatkichga to'g'ri keladi. Reagent qo'shishni davom ettirish loyqalanish intensivligini o'zgartirmaydi, ba'zida xattoki, mayda zarrachalarning yopishib kattaroq zarrachalarga aylanishi hisobiga loyqalanishning kamayishiga olib keladi. Oxirgi nuqta grafik usulda topiladi.

9-MA'RUZA. INFRA-QIZIL SPEKTRAL TAHLIL, NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. IQ- spektroskopiyasining nazariy asoslari.
2. IQ - spektrometrning tuzilishi va spektrlar olish sharoitlari.
3. Ayrim funksional guruxlar spektrlari xarakteristikasi.
4. IQ - spektral tahlillarini dori moddalar miqdorini aniqlash uchun qo'llash.

Tayanch so'z va iboralar: *IQ-spektroskopiya, Kvant energiyasi, Tebranishlar, Guk qomuni.*

Infraqizil spektroskopiyasi usulining dori moddalarini tahlilida qo'llanilishi

Odatda bu usulda ko'pchilik organik dori moddalarning sifati va miqdori aniqlanadi. Har qanday organik moddalar o'zining quyidagi parametrlari bilan xarakterlanadi:

1. Reaksiyaga kirishish qobiliyatiga ega bo'lgan funksional guruxlar saqlashi;
2. Moddalarning fizik va agregat xolati bo'yicha tekshiriluvchi moddalar molekularining elektromagnit nurlar ajratishi.

Organik modda molekulariga elektromagnit nurlari ta'sir ettirilganda molekulalarda qo'zg'olish paydo bo'ladi va o'zidan nur ajratadi. Elektromagnit nurlanishni moddalar bilan o'zaro ta'siri natijasida modda molekulasi ma'lum miqdor energiya yutiladi. Natijada molekuladagi energiya bir xolatdan boshqa energetik xolatga o'tadi. Ana shu energiya o'zgarishlarini o'rganish infraqizil (IQ) spektroskopiyani asosini tashkil etadi.

Organik moddalar molekulasi tuzilishini aniqlashda elektromagnit nurlanishning gamma nurlaridan boshlab radio to'liq uzunligigacha bo'lgan barcha nurlar qo'llaniladi.

Odatda organik molekulalar atrof muhit bilan uzviy muloqotda bo'ladigan o'z ichki energiyasiga ega bo'ladi. Ichki energiya molekulalar xarakteri, atomlar va atom guruxlarining tebranishi, hamda elektronlar xarakati bilan belgilanadi.

Molekulaning ichki o'zgarishi turlari asosan, ular ichki energiyasining nurlanishiga, ya'ni shu ichki nurning elektromagnit to'liq uzunligiga bog'liq. Chunki to'liq uzunligi va nurlanish energiyasi bir-biri bilan bog'liq.

SHuning uchun, moddalar ichki energiyasining sarflanishi, ular ajratadigan nurlanish to'liq uzunligiga bog'liqligi bilan xarakterlanadi.

Moddaga ma'lum chastotadagi nur ta'sir ettirilsa, molekula Kvant energiyasini yutadi va natijada u qo'zg'algan xolatga o'tadi.

Uning boshlang'ich energiyasi E_0 o'zgaradi va E_2 gacha ortadi.

Yutilgan energiya o'zida h η Kvant energiyasini ajratib o'zi ni boshlang'ich E_0 energetik xolatiga qaytadi. Ba'zan yutilgan energiya qaytayotganda kamroq energiya ajratib boshlang'ich energetik xolatga emas, balki oraliq E_1 xolatda qoladi.

Qo'shimcha energitik qatlami hosil bo'ladi. Ana shu o'zgarishlarni o'rganish IK- spektroskopiyaning asosini tashkil etadi.

$\Delta\nu$ qiymati 4400 sm^{-1} gacha, asosan infraqizil nur qismida joylashgan bo'ladi. Spektroskopiya qo'shimcha spektr, ya'ni yuqori chastotaga ega bo'lgan bo'lakchalarni hosil bo'lishi asosan yuqori energetik qatlama siljishi hisobiga qo'shimcha energiya yutilishi bilan tushuntiriladi. Hosil bo'lgan to'liq chastotalari sm^{-1} uzunligida belgilanib to'liq tebranish qiymatini aniqlaydi.

Organik birikma molekulalari atomlarining tebranish turlari

Organik birikma molekulasida qattiq bo'lmay, molekuladagi atomlar to'xtovsiz tebranma xarakatda bo'ladi. SHuning uchun xatto tashqi muhit ta'siri bo'lmaganda ham molekula tebranish xolatida bo'lib, ma'lum bir tebranish energiyasiga ega. Bunday xolat nol tebranish xolati deyiladi.

Ikki atomli molekula uchun tebranish faqat bog'lar bo'yicha bo'lib, yadrolar orasidagi masofa o'zgarishi mumkin. Murakkabroq molekulalarda atomlar tebranishi ikki turga bo'linadi.

1. Valentli tebranish (Y) - bog'ning o'qi bo'yicha ritmik tebranish. Bunda tebranayotgan atomlar orasidagi masofa kattalashadi yoki kamayadi, lekin atomlarning o'zi valentli bog' o'qida qoladi. (bog' cho'ziladi yoki qisqaradi).

2. Deformatsion tebranish (δ) - atomlar valentli bog' o'qidan chiqib valent burchagini o'zgartiradi. Bunda bog'lar tekislikda (tekislik tebranish) yoki har xil tekisliklarda (tekislikdan tashqari fazoviy tebranish) bir-biriga nisbatan o'z xolatlarini almashtiradilar.

Odatda valentli va deformatsion tebranishlarni me'yoriy tebranishlar deb ataladi. O'z shakliga ko'ra me'yoriy tebranishlar simmetrik (S) va assimetrik (aS) tebranishlarga bo'linadi.

Murakkab molekulalar uchun valentli va deformatsion tebranishlar bir necha xil bo'ladi.

Ba'zi valent tebranishlardan misol keltiramiz.

IQ- spektrlarning kelib chiqishi

Molekulada valentli va deformatsion tebranishlar to'xtovsiz va aniq kvant chastotasida yuzaga keladi. SHunda agar molekulaga shu chastotali yorug'lik nur tushsa, energiya yutilishi ro'y beradi va spektrogrammada chiziqlar ko'rinishida o'z aksini topadi. Ko'p sonli bir xil atomlar gruppasi saqlagan molekulalarni tajribaviy tekshirish shuni ko'rsatadiki, molekulalarning qolgan qismining turlicha bo'lishiga qaramasdan bir xil gruppada atomlar aniq bir chastota intervalida energiyani yutadilar.

Spektrdagi chiziqlar o'rni to'liq uzunligi yoki to'liq chastota bilan belgilanadi. IQ- spektrlarni grafik tasvirlashda ko'proq to'liq ko'rsatkichi (sm^{-1}) dan foydalaniladi. To'liq soni 1 sm masofada qancha to'liq joylashishini ko'rsatadi.

Infraqizil spektrlar bo'yicha molekula xolatini xarakterlash mumkin. Bu birinchi navbatda molekula va atom yadrolarining tebranuvchi va aylanma xarakatiga tegishli. SHuning uchun infraqizil spektrlarni ko'proq molekula spektrlari deb ham atashadi.

Infraqizil yoki boshqacha aytganda molekulyar spektrlar murakkab tuzilishga ega. Ularni o'rganish molekulaning nozik tuzilishini sinchiklab tekshirishga juda qo'l keladi.

Agar turli juft atomlar molekulasidagi tebranish yo'lni solishtirilsa, ba'zi xollarda atomlar jufti bir vaqtning o'zida yaqinlashishi va uzoqlashishi kuzatiladi. Boshqa xollarda turli atomlarning yaqinlashishi va uzoqlashishi bir vaqtda bo'lmaydi. Bunday tebranishlar antisimmetrik tebranish deyiladi. Rasmda (a) SN bog'larining tebranishlari simmetrik, (v) rasmdagi tebranish esa antisimmetrik.

Guk qonuniga asoslanib, kvant mexanikasidan foydalanib, atomlar tebranish chastotasini xisoblash mumkin va shu usulda spektrni o'qish, ya'ni spektr chastotalarini aniq bir atomlar tebranishlariga tegishli ekanligini xisobga olinadi. Lekin amaliyotda bu oddiy molekulalarda amalga oshirilgan (masalan: atsitilen).

Murakkab molekulalarda ko'p atomlarning valentli, deformatsion tebranishlarini o'zaro ta'siri kuzatiladi va Yuqorida gi hisoblash nisbiy xarakterda bo'ladi.

Murakkab tuzilishga ega molekulalar spektrini o'qish qiyin

bo'lganligi uchun spektrlarni o'rganishda solishtirish usulidan foydalaniladi. Buning asosida tuzilishi bir-biriga yaqin birikmalar spektrlarini solishtirish yotadi: bunda shuni ham nazarda tutish kerakki, birikmadagi yo u yoki bu o'zgarish spektrtlarda aksini topadi. SHunday qilib, ko'pgina atom guruxlari (-ON, -NN₂, -NO₂ va boshqalar) xamda ma'lum bir bog'lar (-S=S-, S=C) turli birikmalarda kam farqlanuvchi aniq chastotalar bilan xarakterlanadi. Bunday chastotalar xarakterli yoki guruxli chastotalar nomini oldi. (jadval 1)

Spektrda xarakterli chastotalarning topilishi moddaning spektri bo'yicha funksional tarkibiy tahlilda ahamiyatli bosqichdir.

Boshqa tarafdin organik molekula skeletini tashkil qiluvchi qator bog'lar (S-S, S-O, S-N) tebranishlari molekulaning boshqa qismlari tebranishlariga juda bog'liq bo'lib, tuzilishning arzimagan o'zgarishi natijasida tebranishlar kuchli o'zgarishga sabab bo'ladi.

Spektrning mos keluvchi qismlari moddalarning chinligini

aniqlash uchun ishlatiladi. CHunki har bir modda faqat ungagina xos bo'lgan yutilish chiziqlari yig'imiga ega bo'ladi.

Bu chiziqlar spektrning 1500-700sm qismida joylashgandir. Bu qismni ba'zida " barmoq izlari" qismi deb ataladi.

CHunki u barmoq izlari kartotekasiga o'xshab "kimyoviy individiumni" aniqlash imkoniyatini beradi. Rasmda turli atom guruxlari va bog'lamlarning IQ- chastotalar spektrida, joylashishi sxematik tarzda ko'rsatilgan.

Jadval-1

IQ- spektrlardagi ba'zi bir xarakterli yutilish chastotalari

Bog'lar yoki atom guruxlar	Birikmalar	CHastota -sm	Intensivligi va chiziq xakteri
-S-N	alkanlar	2850-2960	Kuchli
-S-N	alkenlar	3010-3100	O'rtacha
-S-N	Alkinlar	330	Kuchli
-S-S	Alkanlar	600-1500	Kuchsiz
-S-S-	Alkenlar	1620-1680	O'zgaruvchan
-S-S-	Alkinlar	2100-2260	O'zgaruvchan
-C-N-	Nitrillar	2200-2300	O'zgaruvchan
-S-O-	Spirtlar	1000-1300	Kuchli
	Oddiy efir		
	Kislotalar		
	Murakkab ef		

S=O	Aldegidlar	1720-1740	Kuchli
S=O	Keton	1705-1725	Kuchli
S=O	Kislota va murak efirlar	1700-1750	Kuchli
-ON	Spirtlar, fenollar	3590-3650	O'zgaruvchan Keskin

IK-spektroskopiya usulida tahlilni amalga oshirishda asosan suyuq eritmalarni to'g'ridan-to'g'ri yoki ma'lum erituvchi eritmasida olib boriladi. Ammo ma'lum qalinlikdagi hajm erituvchilar IK to'lqin uzunlikda xar doim tiniq bo'lmasligi mumkin. SHuning uchun kvpincha xlorto'rtuglerodi, xloroform va dixlormetan qo'llaniladi.

Tahlil uchun tekshiriluvchi moddalarni ikki xil usulda tayyorlanadi:

1. Ma'lum (2-5mg) miqdordagi moddani oz miqdordagi mineral yog'da yoki to'g'ot keladigan erituvchida bir xil aralashma xosil bo'lgunicha aralashtiriladi. Hosil bo'lgan pastani NaCl yoki tuzlardan tayyorlangan plastinkalar orqali tahlili amalga oshiriladi.
2. Aniqlanuvchi moddani quruq kaliy bromid (kaliy bromid yoki kaliy xlorid IK-spektroskopiya uchun) bilan 1:200 prizmalı uskunalari uchun, 1:300 difraksion reshotkalar uchun nisbatda olinib stupkada aralashtiriladi, so'ngra maxsus moslamada vakuum sharoitda preslanadi. Hosil bo'lgan rangsiz diskni IK uskunasi ga joylashtirib tahlilni olib boriladi.

IQ- spektroskopiyaning qo'llanilishi

1. Moddalarni sifatini aniqlash uchun.

Masalan: sintezlangan moddani, aniq namuna bilan solishtirish orqali aniqlash.

2. Aniqlanuvchi modda funksional guruxlari bergan spektr chastota xarakteristikalariga asoslanib, modda molekulasi tuzilishini aniqlash.
3. Intensivlikning konsentratsiyasiga bog'liqlik chizmasiga asoslanib, farmatsevtik dori vositalari miqdorini aniqlash.
4. Moddalar tarkibidagi atom va molekularlarning o'zaro ta'sirlarini (vodorod bog'lanish, kordinatsion bog'lanish kabilarni) o'rganish.

IK- spektroskopiya moddalarni vaqt birligida molekuladagi inersiyasi aniqlanadi. Moddalar atomlari massasini bilgan xolda va atomlar oraliq masofalarini va ularning o'zaro bog'lanish burchaklarini aniqlash imkonini beradi.

Moddalarni IK-spektrini aniqlashda IK-spektroskoplaridan foydalaniladi. Olingan spektr natijalariga asoslanib modda molekulasidan funksional guruxlar tebranishlar turlari va bog'lanishlar aniqlaniladi, xamda modda strukturasi belgilanadi. Olingan spektr tahlili ma'lum qoida bilan bajarilmasdan, balki gaz suyuqlik xromatografiya, mass-spektroskopiya vaYAMR spektrlari kabi qo'shimcha informatsiyalarga asoslanib bajariladi.

Masalan: spirtlarni IK-spektr chizmasida asosiy xarakterli spektr 3700^{-sm} ga teng bo'lib, bu spirtlardagi -ON guruxiga mos keladi.

Undan tashqari 3350^{-sm} vodorod va kislorod orasidagi bog'lanish spektri, $1200-1000^{-sm}$ oraliqda uglerod va kislorod oraliq bog'lanish (-S-O) spektrlari nomoyon bo'ladi.

Spektral xarakteristikalar 10% dan ortiq qiymat ko'rsatkichlari bo'yicha quyidagi oraliqlarda funksional guruxlar tekshiriladi.

$3600-3100^{-sm}$

$3100-2800^{-sm}$

$2800-1800^{-sm}$

$1800-1400^{-sm}$

So'ng 10% dan kam oraliq ko'rsatkichlari, bunda S-N, -S=S-, S_6N_5O - kabi bog'lanishlar belgilanadi.

Spektr ko'rsatkich qiymati 1400^{-sm} kam qismidagi spektrlarni " barmoq izi" belgilari (otpechatki pulsev) deb yuritiladi, xamda ma'lum jadval yordamida qanday gruppaga yoki bog'ga taalluqli ekani aniqlanadi.

Spektr ko'rsatkichi $3600-3100^{-sm}$ oralig'ida bo'lsa, NH_2OH guruxi borligidan dalolat beradi.

Tebranish to'lqin uzunligi $3100-2800^{-sm}$, qo'shimcha $1650-1400^{-sm}$ oraliqlarda spektr chiziqlar hosil qilsa -S-S- bog'laridan va ularning joylanish xolatlaridan dalolat beradi.

$2800-1800^{-sm}$ oralig'idagi spektrlar -S=S, hamda -S=N- bog'lanishlariga yana karbon kislotasi va uni hosilalariga (ammoniyli tuzlar) aminokislotalar hamda alkanlarga xos bo'ladi.

$1800-1400^{-sm}$ oraliqdagi hosil bo'lgan spektrlar esa benzol xalqasi, karbonil va karboksil guruxlari, anhidridlar, nitro va nitroza guruxlar, -S=S- qo'sh bog'lar tebranishlari, -S-N- orasidagi deformatsion tebranishlar haqida ma'lumot beradi.

Moddalarni IK-spektrlari bo'yicha aniqlanganda qo'llanilgan erituvchilarning kimyoviy xususiyatlari, eritmaning fizik xususiyatiga, konsentratsiyaga va xaroratga bog'liq bo'lishini e'tiborda saqlash kerak. Bunday ko'rsatkich qiymatlarini o'zgarishi spektr chastotalarining o'zgarishiga sababchi bo'ladi.

Assotsiatsiya, dissotsiatsiya, salvotatsiya hamda ichki steriokimyoviy o'zgarishlar moddaning elektrik o'zgarishlariga sabab bo'ladi va spektrlarda 50^{sm-1} gacha o'zgarishlar namoyon bo'ladi.

SHuning uchun hamma vaqt olingan IK-spektrlar standart modda spektrlari bilan solishtiriladi va xulosa chiqariladi.

Ba'zi organik moddalar sinflarini spektral xarakteristikasi.

Spirtlar-bug' xolida bo'lsa, 3700^{-sm} da eritmada bo'lsa, 3350^{-sm} da spektr hosil qiladi. Bunday o'zgarish eritmada vodorod bog'lari hosil bo'lishi bilan tushuntiriladi.

Spirtlar spektrida $1200-1000^{-sm}$ oraliqda qo'shimcha chiziqlar bo'lib bular -S-O- (uglerod-kislorod) ta'sirini belgilaydi.

$1400-1250^{-sm}$ qismida esa S-ON defarmatsion tebranish spektri bo'ladi.

Alkanlar - to'yingan uglevodorodlar spektri odatda $3000-2850^{-sm}$ orasida namoyon bo'ladi, bular molekuladagi S-N valent bog'lanish tebranishlarini bildiradi. Valent bog'lanishda ikkita atom oraliq masofalari o'zgaradi. Alkanlardan metil- SN_3 gruppalari $1470-1400^{-sm}$ da spektr namoyon qiladi.

Alkenlar - to'yinmagan uglevodorodlar odatda -S=S- ugleroduglerod qo'sh bog'lar va ularga yondosh guruxlar hosil qilgan spektrlari bilan xarakterlanadi.

-S=S- bog'i 1650^{-sm} da spektr hosil qiladi, bundan tashqari -S-N o'rtasida bog' $3100^{-sm} - 1420^{-sm}$, 91.5^{-sm} oraliqlar da spektrlar hosil qiladi.

Aldegidlar - formaldegid 1745^{-sm} asosiy spektr namoyon qiladi, boshqa aldegid guruxlari uchun esa bu spektr 1740^{-sm}

1720^{-sm} oralig'ida siljishi mumkin. Bularga qo'shimcha 1830^{-sm} oraliqda yondosh spektr hosil bo'ladi.

Ketonlarda -S=O karbonil guruxi uchun eritmalarda $1725^{-sm} - 1705^{-sm}$ oralig'ida spektr namoyon bo'ladi.

Karbon kislotalardagi -S=O guruxi $1720-1700^{-sm}$ orasida keng spektr chizig'i beradi. Karbon kislotalarda -ON guruxi assotsiyalanishi natijasida 3000^{-sm} qismida keng spektr hosil qiladi. Karbon kislotalar tuzlari spektri 1610^{-sm} va $1400 - 1300^{-sm}$ qismlarda namoyon bo'ladi. Bular odatda simmetrik va antisimmetrik -S=O guruxlar orasidagi tebranishlariga xos bo'ladi.

10-MA'RUZA. RAMAN SPEKTROSKOPIYASI TAHLIL USULI, NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Raman spektroskopiya usulining nazariy asoslari.
2. Raman spektroskopiya usulining afzalliklari

3. Dispersion Raman spektroskopiya
4. Raman mikroskopiyasi

Tayanch soʻz va iboralar: Raman spektroskopiya, Stoks Raman siljishi, Dispersion Raman, Fure-Raman.

Raman spektroskopiya

1928 yili Ser Raman yorugʻlikning noqayishqoq tarqalish hodisasini kashf etdi. Molekulalar tarqatayotgan nurlanish, tushayotgan nurlanish bilan bir xil chastotaga, shuningdek maʼlum miqdordagi oʻzgargan yoki siljigan chastotali fotonlarga ega boʻladi. Ushbu siljigan fotonlarni oʻlchash bilan bogʻliq spektroskopik jarayon Ser Raman sharafiga atalib, chastota oʻzgarishining oʻzi esa “Raman samarasi” nomi bilan tanilgan boʻlsa, siljigan chastotali nurlanish “Raman nurlanishi” nomini oldi. 1930 yillarning oxiriga kelib Raman spektroskopiya shikastlamaydigan kimyoviy tahlilning asosiy uslubiga aylanib ulgurdi.

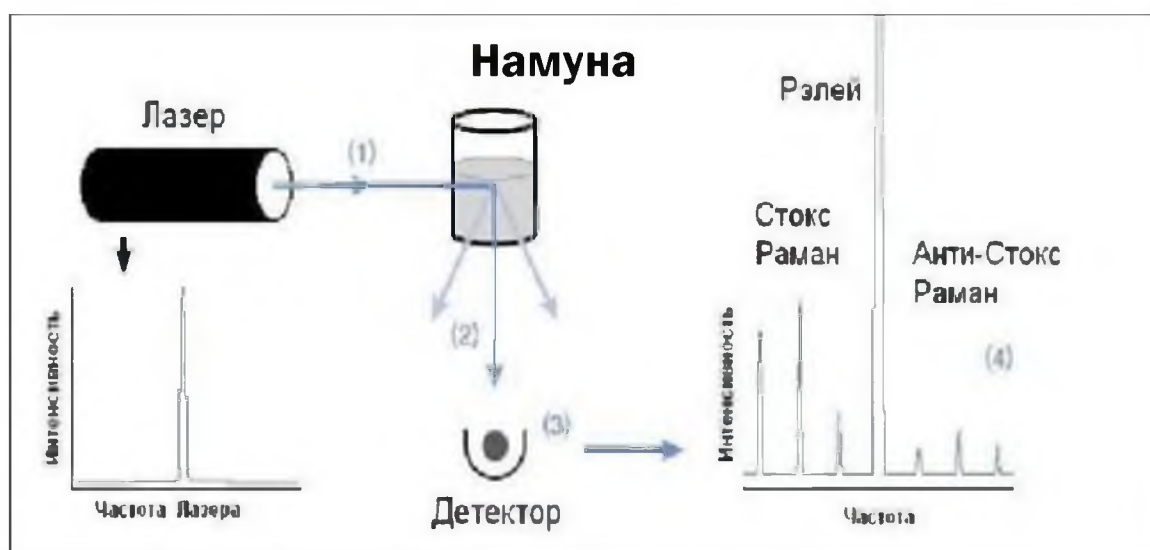
Ikkinchi jahon urushidan keyin oʻta sezgir IK detektorlarning rivoji va elektronika sohasidagi yutuqlar IK spektroskopiyadan foydalanishni ancha soddalashtirgani tufayli IK spektroskopiya Raman spektroskopiyasini siqib chiqardi. IK spektroskopiya yordamida oʻlchovlar oʻtkazish bir muncha oddiy koʻrinish olib, shu bilan birga Raman spektroskopiyasi uchun hamon murakkab uskunalar, malakali operatorlar va qorongʻi xona talab etilardi.

1960 yillarda lazerlar taraqqiy etishi bilan yana Raman uslubiga qiziqish paydo boʻldi, ammo bu qiziqish tadqiqotchilik laboratoriyalari bilan cheklanib qoldi. Bunda oddiy spektrlarni yigʻish uchun malakali operatorlar talab etilar, jarayonning oʻzi esa hamon ancha murakkabligicha qolgan edi.

Bundan keyingi, masalan, nisbatan arzon va sezgir CCD matritsalar (Charge Coupled Devices, CCD), golografik filtrlar va Fure-oʻzgartirishli (FT-Raman) Raman spektroskopiyasi kabilarning paydo boʻlishi bilan bogʻliq hodisalar Raman spektroskopiyasining nisbatan soddalaboratoriya uslubi sifatida tiklanishiga asos soldi.

Bugungi kunda, eng mukammal Raman spektrometrlar lazerning avtomat tarzda blokirovkasi (toʻsiq) bilan jihozlangan, kalibrovkalash avtomat amaliyotlari va keng koʻlamli spektral bibliotekalariga ega boʻlgan, kompyuter yordamida boshqariladigan yagona modullardan iborat. Bu ustuvor jihatlar Raman spektrini olish va undan foydalanish jarayonini ancha soddalashtiradi.

Raman spektroskopiyada namuna monoxromatik yorugʻlik (nur) bilan nurlantiriladi (bunda odatda nur manbai boʻlib lazer xizmat qiladi). Namunadan qaytgan (yoyilgan) nurlanishning katta qismi unga tushadigan nur bilan bir xil chastotaga ega – bu jarayon Reley yoyilishi (tarqalishi) nomi bilan tanilgan. SHunga qaramay, namunadan qaytgan nurlanishning maʼlum qismi, taxminan milliondan bir foton (0,0001 %) – lazerning dastlabki nurlanish chastotasiga nisbatan oʻzgargan (siljigan) chastotaga ega boʻladi.



(1) Lazer nuri namunani qoʻzgʻatadi

- (2) Bu nur barcha yoʻnalishlarda tarqaladi (yoyiladi)
(3) Yorugʻlik qisman Raman-spektrni qayd etadigan detektorga borib tushadi
(4) Spektrda lazerning boshlangʻich chastotasidagi nur (yoki Reley nuri) va har bir noyob (oʻziga xos) namuna uchun xos boʻlgan spektral xususiyatlar taqdim etilgan.

Quyida keltirilgan energetik holatlar diagrammasida koʻrsatilganidek, qoʻzgʻatilmagan holatdagi molekula asosiy quyi darajada (asosiy tebranish va elektron holat) boʻladi. Lazerning elektr maydoni kimyoviy guruhlar qutblashuvini induksiyalab (keltirib chiqarib), tizim energiyasini nobarqaror holatga qadar koʻtaradi. Qutblashgan holat asl (haqiqiy) energetika holati boʻlmay, u “virtual holat” deb nomlanadi. Virtual holatdan relaksatsiyalanish zudlik bilan roʻy berib, asosan shundan soʻng yana asosiy holatga qaytiladi. Ana shu jarayonga Reley yoyilishi (tarqalishi) deyiladi. Qoʻzgʻatishning birinchi tebranish bosqichiga relaksatsiyalash Stoks-Raman siljishi (Stokes-Raman shift) deb nomlanadi. Stoks-Raman yoyilishi lazer nurlanishiga nisbatan pastroq (kamroq) energiyaga ega (uning toʻlqin uzunligi kattaroq). Aksariyat tizimlarning bir qism birliklari (molekulalari) qoʻzgʻatilgan tebranuvchan holatda boʻladi. Raman yoyilishida (tarqalishida) bunday molekulalar qoʻzgʻatilgan tebranuvchan holatdan asosiy energetika darajasiga oʻtib, natijada lazer nurlanishiga nisbatan kattaroq energiyaga ega (toʻlqin uzunligi nisbatan qisqa) boʻlgan nurlanish yuzaga keladi. YOyilishning (tarqalishning) bunday turi anti-Stoks-Raman siljishi deb atalib, u diagrammada koʻrsatilmagan.

Raman spektroskopiyada tadqiq etiladigan tebranuv holatlari IK spektroskopiyadagi shu kabi holatlar bilan bir xil. SHu sababli Raman spektroskopiya Fure-oʻzgartirishli IK spektroskopiyaga (IK Fure-spektroskopiya) uslubiga juda oʻxshash. Aslida Raman va IK spektroskopiya komplementar, yaʼni bir-birini oʻzaro toʻldirib keladigan uslublar hisoblanadi. IK spektrda kuchli namoyon boʻladigan tebranishlar (kuchli dipollar), odatda, Raman spektrda kuchsiz namoyon boʻladilar. SHu bilan birga, juda intensiv Raman chiziq(polosa)larini beradigan qutbli boʻlmagan funksional guruhlar juda zaif IK signallar beradilar.

Masalan, gidroksil, karbonil guruhlar yoki aminoguruhlar tebranishlari IK spektrda juda kuchli, Raman spektrda esa oʻta sust namoyon boʻladilar. Biroq ikki va uch karrali uglerod-uglerod aloqalar (bogʻliqliklar) va aromatik guruhlarining simmetrik tebranishlari Raman spektrda oʻta kuchli aniqlanadilar. SHunga bogʻliq ravishda Raman spektroskopiya nafaqat alohida uslub sifatida, balki namuna mohiyati, uning kelib chiqishi toʻgʻrisida toʻliq tasavvurga ega boʻlish uchun IK-Fure spektroskopiya bilan birga ham qoʻllaniladi.

Tebranish spektroskopiyasi molekulalar tuzilmasi (strukturasi) haqida asosiy maʼlumotni beradi. Masalan, spektrdagi chiziq(polosa)lar holati va intensivligidan namuna molekulyar tuzilmasini oʻrganish yoki uni kimyoviy jihatdan identifikatsiyalash uchun foydalanish mumkin

Tahlil (analiz) natijasida kimyoviy komponentlarni identifikatsiyalash (modda tabiati, kelib chiqishini aniqlash) yoki Raman spektrdagi chiziq(polosa)lar holati va intensivligini kuzatib, molekula ichidagi oʻzaro taʼsirlarni oʻrganish mumkin. Bunda spektrlar bibliotekalari boʻyicha izlashni qoʻllab, shunchaki komponentlarni identifikatsiyalashning oʻzi etarli. Raman spektrlar, katta spektral axborotga egaligi, har bir komponent uchun “barmoq izlari” sohasi mavjudligi, izlash algoritmlarining soddaligi tufayli bibliotekalar boʻyicha izlash uchun juda mos hisoblanadi.

Nima uchun aynan Raman spektroskopiya?

Raman spektroskopiya boshqa analitik uslublar oldida anchagina ustunlikka, ustuvor jihatlarga ega. Ulardan eng muhimlari namuna tayyorlashning soddaligi va katta hajmda axborot olish imkoniyati.

Raman spektroskopiya – yorugʻlik tarqalishiga (yoyilishiga) asoslangan uslub boʻlib, shu sababli spektr yigʻish uchun barcha harakat – tushayotgan yorugʻlik nurini namunaga aniq yoʻllash, soʻng yoyilgan (tarqalgan) yorugʻlikni yigʻib olishdan iborat.

Namunaning qalinligi Raman spektroskopiya uchun muammo tugʻdirmay (IK spektroskopiyada namunalarni oʻzidan nur oʻtkazishga tahlil qilishdan farqli ravishda), shuningdek atrof muhit, atmosfera ham Raman spektrlarga katta ulush qoʻshmaydi. SHu sababli namunalar uchun moʻljallangan kyuvet boʻlinmasini vakuumlash yoki quritish talab etilmaydi. SHisha, suv va plastik qadoq oʻz holicha juda zaif Raman spektrlariga ega ekanligi uslubdan foydalanishni yana ham

soddalashtiradi. Ko'pincha namunalarni shisha idishda yoki plastik paketda, qadog'ini buzmasdan, iflos qilib qo'yishdan qo'rqmay tahlildan o'tkazish mumkin. Suv aralashmalari ham tahlil uchun tayyor bo'lib, erigan namuna tahlili uchun suvni chiqarib yuborish shart emas. Bu uslubda atmosferadagi namlikning ahamiyati yo'qligi sababli spektrometrni havo bilan tozalash ham kerak emas.

Bundan tashqari, bir xil Raman spektrlariga ega bo'lgan ikki molekula bo'lmaganligi kabi, yoyilgan (tarqalgan) yorug'lik intensivligi modda miqdoriga bog'liq. Bu moddaning miqdori, ham uning sifatiga doir ma'lumotlarni osonlik bilan olish, spektrni talqin qilish (interpretatsiyalash), spektrlar bibliotekasidan foydalanish, miqdoriy tahlilning kompyuter uslublarini qo'llagan holda ma'lumotlarga ishlov berish imkonini yaratadi.

Raman spektroskopiya – tahlilning shikastlamaydigan uslubi. Unda qattiq jismlarni eritish, tabletkalarni presslash, namunani optik elementlarga jipslash yoki namunaning fizik yo kimyoviy tuzilmasini boshqa tarzda o'zgartirish uchun zarurat yo'q. SHunday qilib, Raman spektroskopiya kristallilik, fazaviy o'tishlar va polimorf holatlar kabi fizik xossalari tahlili uchun keng qo'llaniladi. Namunani tayyorlash hojati yo'qligi tagliklar va tutqichlarni tozalash zarurati, shuningdek bir-birini ifloslash kabi muammolardan xoli bo'lish imkonini beradi.

Raman spektroskopiya boshqa tebranuvchan uslublarga nisbatan bir necha qo'shimcha ustuvor jihatlarga ham ega, chunki uning spektrlar diapazoni o'rganilayotgan tebranish xususiyatlariga bog'liq emas. Boshqa tebranuvchi uslublar o'rganilayotgan chastotalarga bevosita muvofiq keladigan chastotalar terilishini talab qiladi. Raman spektroskopiya tadqiqotchilar uchun ham eng qulay, maqbul uslub hisoblanadi, chunki UF dan to eng yaqin IK sohagacha bo'lgan keng diapazonda ishlashi bilan mazkur namuna uchun eng qulay diapazon tanlash va eng yaxshi natijalar olish imkonini beradi. Raman spektroskopiya boshqa uslublar yordamida o'rganish qiyin bo'lgan uzoq infraqizil sohadagi chastotalar bilan bog'liq tebranuvchan holatlarni tadqiq etish imkonini beradi. Raman mikroskoplar makonda 2 mkm dan yaxshiroq imkonga ega bo'lib, Raman spektrometrlari tolali optika bilan ishlay oladilar va bu bilan 2 dan 100 mkm gacha uzunlikdagi to'lqinlar diapazonidagi tebranuvchan holatlar to'g'risida ma'lumot olish imkonini yaratadilar. O'z chastotalari yordamida bunday natijaga erishishning deyarli iloji yo'q, ammo Raman spektroskopiyasi yordamida bunga osonlik bilan erishiladi.

Raman spektrometrlari spektr olishning ikki usulidan biriga asoslanadilar: dispersion Raman spektroskopiya yoki Fure-o'zgartirishli Raman spektroskopiya. Har bir usul o'ziga xos ustuvor jihatlarga ega va muayyan vazifalarni bajarish uchun o'ta muvofiq keladi.

Dispersion Raman spektroskopiya

Raman spektriga ega bo'lish uchun yig'ilgan yoyilgan (tarqalgan) nurlanishni to'lqinlarning alohida uzunliklariga bo'lish talab etiladi. Dispersion Raman spektrometrlarida bu Raman signalini makon jihatidan nurlanishni turli uzunlikdagi to'lqinlarga ajratib yuboradigan panjara (reshyotka)ga jamlash (fokuslash) bilan amalga oshiriladi. Ana shu ajratilgan nur CCD detektorga yo'llanadi.

Dispersion Ramanida, odatda, ko'zga ko'rinadigan lazerlardan foydalaniladi. Lazer to'lqinlarining odatiy uzunliklari 780 nm, 633 nm, 532 nm va 483 nm bo'lishiga qaramay, boshqa to'lqinlar ham qo'llanishi mumkin. To'lqin uzunligi nisbatan kalta bo'lgan lazerlarni qo'llashning ustuvor jihati – Raman signalining to'lqinlarning qisqaroq uzunliklarida ro'y beradigan kattalashishidan iborat. Raman yoyilishi (tarqalishi) samaradorligi $1/\lambda^4$ ga proporsional bo'lib, shu sababli lazer nurlanishining to'lqin uzunligi kamayganida signal ancha kattalashadi.

Bir qarashda Raman spektrometrlari nisbatan qisqaroq to'lqinli lazerlardan foydalanishi kerak bo'lib tuyuladi. Biroq Raman spektroskopiyadan keng ko'lamda foydalanish yo'liga to'siq bo'lib turgan hodisa bo'lib, bu – oldindan qaysi tarafga o'zgarishini bilib bo'lmaydigan fluoressensiya (yaltirash, nur qaytarish hodisasi). Fluoressensiya namunani kuchli nurlantirishdan iborat bo'lib, u hatto Raman signalidan bir necha barobar kuchli. Ozroq fluoressensiya ham tadqiq etilayotgan Raman signalini to'sib, uni sezdirmay qo'yishi mumkin.

Fluoressensiya hodisasi virtual energetika darajasi yuqori elektron darajadan yuqori bo'lgan holda yuz beradi. SHunday qilib, lazer energiyasi kattalashganida (nisbatan qisqa uzunlikdagi to'lqinlar)

fluoressensiya yuz berish ehtimoli ham ortadi. Bu hodisa qo'zg'atuvchi lazer to'liqining uzunligiga ham bog'liq. SHuning uchun bir uzunlikdagi to'liqlarda fluoressensiyalanadigan namunalar boshqa to'liqlarda bunday nur chiqarmasligi mumkin. bundan kelib chiqib, asbob tanlashda qo'zg'atuvchi lazerni naqadar tez va oddiy almashtirish mumkinligini ham e'tiborga olish lozim.

Panjara (reshetka) spektrga bo'linish imkoniyati (razreshenie) va yorug'lik o'tkazishga ham katta ta'sir ko'rsatadi. Panjaralar o'z yuzasida katta miqdordagi "kuydirilgan" shtrixlar yoki kesiklarga ega bo'lib, ular kirib kelayotgan nurlanishni tarqatib (yoyib) yuborishga xizmat qiladilar. Panjaradagi shtrixlar soni naqadar ko'p bo'lsa, chiqib ketadigan nurlanish dispersiya burchagi ham shuncha kengroq bo'ladi.

Yuqori imkoniyatga ega bo'lgan (masalan, 1800 yoki 2400 chiziq/mm) asboblarda uchun katta miqdordagi shtrixli panjaraga ega bo'lish muhim. Imkoniyati pastroq asboblarda uchun shtrixlar soni kam bo'lgan (300 yoki 600 chiziq/mm) panjaralar talab etiladi. CHiqish nurlanishi dispersiyasi qancha yuqori bo'lar ekan, detektorda barcha uzunligidagi to'liqlar joylashgan zona ham shu qadar katta bo'ladi.

O'lchami belgilangan (qayd etilgan) detektorlar uchun muayyan qiymat imkoniyati (razreshenie) mavjud bo'lib, undan Yuqorida gi barcha Raman uzunligidagi to'liqlar ham detektorga tushavermaydi. Nisbatan kattaroq dispersiyaga (nisbatan **kattaroq imkoniyat (razreshenie)**) ega bo'lingan holda spektr sohalari izchil yig'ish uchun yo panjarani, yo detektorni boshqa joyga siljitish kerak.

Panjara ishi (otklik) ham to'liq uzunligiga bog'liq bo'lib, shu sababli to'liqlar uzunligi o'qi bo'ylab dispersiya (imkoniyat) chiziqli bo'lmay, to'liq soni (sm^{-1}) nisbatan yuqori bo'lganida dispersiya ham ortib boradi. Ana shu tufayli spektr imkoniyati muayyan to'liq uzunlik sonlari uchun ko'rsatilishi talab etilib, hamda u spektr bo'ylab o'zgarishi ham mumkin.

Xulosa qilib aytganda, panjaralar nisbatan tor spektrlar diapazonida optimal nur o'tkazish uchun kuydirilib, shu sababli ular kerakli **imkoniyatdan (razresheniedan)** kelib chiqib tanlanishi va lazerning to'liq uzunligiga muvofiq kelishi shart. Bir panjaradan bittadan ko'proq lazer yoki imkoniyat uchun foydalanish asbob yorug'lik kuchi va sezgirligi orasida mutanosiblikka erishishni talab etadi. Panjaralar lazerga va tajriba sharoitlariga muvofiq ravishda tanlab olinsa, ayni muddao bo'ladi.

Odatda dispersion Raman spektrometrlari uchun qo'llanadigan CCD detektorlari o'ta katta sezuvchanlikka ega bo'lgan kremniyli qurilmalardan iborat. CCD ning deteksiyalovchi yuzasi nurga sezgir, piksel deb ataladigan elementlarning ikki o'lchamli matritsasi tashkil topadi (odatda har bir piksel 30 mkm dan kichik). Har bir piksel individual detektor kabi ishlaganligi sababli, to'liqning har bir tarqalgan (yoyilgan) uzunligi muayyan piksel (yoki yaqin joylashgan piksellar guruhi) bilan deteksiyalanadi.

CCD detektorlari to'liqlarning, odatda 400 dan 1000 nm gacha bo'lgan keng diapazoni bo'yicha qaytgan to'liqlarga (otklikka) ega bo'ladi. Maxsus detektorlar 1100 nm gacha yoki UF diapazonidan pastroq otklikka egadirlar. 780 nm lazerli dispersion Raman spektrometrlari uchun 3000 sm^{-1} sohadagi qaytgan to'liq (otklik) (spektrdagi valent S-N tebranishlar) 1018 nm nurlanishning natijasi bo'lib keladi. Ko'pgina oddiy CCD matritsalar yaqin IK sohada lazerlarning yuqori to'liq sonlari uchun juda zaif qaytgan to'liqlarga (otkliklarga) ega bo'lib, yanada yuqoriroq to'liq sonlari uchun CCD detektorlarini qo'llab bo'lmaydi.

Raman spektridan maksimal darajada axborot olish uchun lazerning har qanday uzunligida ham butun 100 dan 3100 sm^{-1} gacha bo'lgan diapazon bo'yicha spektrga ega bo'lish muhim ahamiyat kasb etadi.

Raman Mikroskopiya

Raman spektroskopiya va mikroskopiya qudrati va sezgirligi birga kelganida juda mayda namunalarni tahlil qilish uchun qator ustunliklarga ega bo'lish mumkin. Mikroskopiya maqsad – nisbatan maydaroq namunalarni tahlildan o'tkazish va uning atrofidagi kerakli moddani aniqlashdan iborat. Bu parametr makondagi imkoniyat deb nomlanadi. Mikroskopiya nisbatan yuqori makoni imkoniyatga kichik o'tkazuvchi tirqishlar yoki biron er, masalan, mikroskopda o'rnatib qo'yilgan "aperturalar"dan foydalanish orqali erishiladi.

Yanada yuqori **imkoniyat**larga erishish uchun kichikroq aperturalarni qo'llash lozim. Nurlanishning ana shu kichik aperturalardan o'tishida difraksiya cheklovchi omil vazifasini bajaradi. Bundan kelib chiqib, difraksiya quyidagi tenglamaga muvofiq to'lqin uzunligiga bog'liq bo'lgan **makoni**y **imkoniyat**larni cheklab turadi:

$D =$

bu erda n.a. – optikaning raqamli aperturas.

Nisbatan qisqa to'lqinli qo'zg'atuvchi nurlanish nisbatan yuqori **makoni**y **imkoniyat**larni ta'minlaydi (<1 mkm).

Qo'shimcha ravishda, bir muncha kichik aperturani mikroskopning fokal sathiga o'rnatishda konfokal mikroskopiya o'tkazish ehtimoli mavjud bo'lib, bunda namuna bilan qo'shni sohalardan tushayotgan nurlanish apertura tomonidan to'silib, faqat optik fokal nuqta (namuna) nurlanishigina detektorga kelib tushadi. Bu namuna chuqurligi bo'yicha shikastlamaydigan tahlil o'tkazishning juda foydali va qulay, ko'ndalang kesiklar tayyorlashning hojati bo'lmagan uslubidir.

Konfokal mikroskopiya dispersion Raman mikroskoplarida qisqa uzunlikdagi to'lqinlar sohasida ayniqsa yaxshi ishlab, chunki nisbatan uzun to'lqinlardagi difraksiya hodisasi konfokal aperturaning minimal o'lchamini, bundan kelib chiqib, Z o'qi bo'ylab **o'lchamlar(imkoniyatlar)**ni cheklab turadi. Tahlilning bu uslubi namuna fluoressensiyasi bo'lmagan hollarda polimer laminatlar, ko'p qatlamli materiallar va qo'shilmalarni tadqiq etish uchun juda qulay.

Fure-Raman spektroskopiya

Fure o'zgartirishi bilan birga amalga oshiriladigan Raman spektroskopiyasi dispersion Raman spektroskopiyasida uchraydigan muammolarni hal qilish uchun ishlab chiqilgan edi. Fure-Raman spektroskopiyaning muhim ustuvor taraflaridan biri namunalar fluoressensiyasi deyarli umuman yo'qligida.

Fure-Raman spektrometrlari yaqin IK diapazonda 1 mkm li qo'zg'atuvchi lazer, interferometr va yuqori sezuvchanlikka ega bo'lgan detektorni qo'llaydilar. To'lqin uzunligi kattaroq qo'zg'atuvchi lazerdan foydalanishda energiya pasayib, shu sababli virtual holat pastroq va yuqori elektron darajalar ustma-ust tushish ehtimoli ham kamroq bo'ladi. Bu xalal beradigan fluoressensiya yuzaga kelishini ancha pasaytiradi.

Fure-Raman spektroskopiyasida indiy galliy arsenid (InGaAs) detektor yoki suyuq azot bilan sovutiladigan geramiyli (Ge) detektor qo'llaniladi. Bular juda sezgir detektorlar bo'lishiga qaramay, ular ko'zga ko'rinadigan nurlanishga nisbatan CCD detektorga ko'ra yaqin IK sohadagi nurlanishga kamroq sezuvchan hisoblanadi. Etarlicha sezuvchanlikni ta'minlash maqsadida quyi sezuvchan signaldan funksional spektral axborot olishda Fure o'zgartirishning ustuvor jihatlari talab etiladi.

Fure o'zgartirishli spektroskopiyaning ustuvor tomonlarini hisobga olib, Fure-Raman spektrometrlari quyidagilarni taklif etadilar:

- O'tkazilayotgan nurni minimal yo'qotish bilan yuqori imkoniyatlar;
- Barcha uzunlikdagi to'lqinlarni bir vaqtning o'zida o'lchash;
- Signal o'rtachalashtirishda signal-shovqinning o'zaro yaxshilangan nisbati;
- Interferometrning ichki kalibrovkasi tufayli to'lqinlar uzunligining o'ta aniqlik bilan o'rnatilishi

Fure-Raman spektroskopiyasi Raman yoyilishi(tarqalishi)ning unikal chastotalarini yakkalik signalga "kodlaydigan" interferogramma olish uchun interferometrdan foydalanadi. Signal juda tez o'lchanib (odatda bir soniya davomida), uni o'rtachalashtirish o'ta tez va aniq amalga oshadi.

Interferometr yaqin IK sohadagi nurlanish uchun optimallashtirilgan nur ajratgich bilan ishlab, bu nur ajratgich kirib kelayotgan Raman nurlanishini o'tadigan va aks ettirilgan (qaytarilgan) ikki optik nurga bo'lib yuboradi. Aks ettirilgan (qaytarilgan) o'tib, mahkamlangan yassi ko'zgudan qaytadi. O'tadigan nur esa o'tib, harakatchan mexanizmida o'rnatilgan yassi ko'zgudan aks etib, qaytadi. Bunda ko'zgu nur (yorug'lik) ajratgichdan kichikroq masofaga (odatda bir necha millimetrga) siljiydi.

Ikki yorug'lik nuri so'ngi nur (yorug'lik) ajratgichda rekombinatsiyalanib, ko'zgular orasidagi masofadagi farq tufayli nurlar o'zaro interferensiyalanadi. Harakatchan ko'zgu doimiy chastotaga ega

bo'lib, harakatlangani sababli, interferensiya modullashadi. Olinadigan interferogramma o'ta noyob, o'ziga xos bo'lib, chunki har bir ma'lumot nuqtasi (harakatchan ko'zgu holatining funksiyasi) mazkur namunadan olingan Raman yoyilgan (tarqalgan) nurlanishining har bir chastotasi to'g'risida axborotga ega.

Tebranuvchan spektrlar odatda chastotalar spektri (har bir individual chastotadagi intensivlikning bog'liqlik grafigi) sifatida taqdim etilib, chunki interferogrammaning o'lgangan signali izohlanmaydi (interpretatsiyalanmaydi). Individual chastotalar interferogrammadan Fure-o'zgartirishning yaxshi ma'lum bo'lgan matematik algoritmidan foydalangan holda **dekoderlanadi**. Bu o'zgarishni kompyuter bajarib, ekranga istalgan spektral axborot chiqariladi.

Dispersion Ramanmi yoki Fure-Raman?

Bu savolga har ikkala uslub ham deb javob berish mumkin edi. Olinayotgan spektral axborot ham dispersion, ham Fure-Raman spektroskopiya uchun deyarli bir xil bo'lib, har ikki uslub ham Raman spektroskopiyaning ustun jihatlarini o'z ichiga oladi. Biroq, vaziyatga bog'liq ravishda, u yoki bu uslub tanlanishi mumkin. Umuman olganda, dispersion Raman yuqoriroq sezuvchanligi tufayli mikroskop bilan qo'llash uchun ko'proq imkoniyat taqdim etadi. Fure-Raman massadagi namunani tahlil qilishda fluoressensiya yo'qligi, to'liqlar soni aniqligi va uskunalari qiymati tufayli ustunlikka ega. Quyida dispersion va Fure-Raman uslublar o'rtasida maqbulini tanlash imkonini beradigan qo'shimcha sabablar keltirilgan.

Dispersion Raman spektroskopiya qo'llanishining asosiy yo'nalishlari

Dispersion Raman spektroskopiya keng ko'lamli namunalar tahlili uchun qo'llanadi. To'liq uzunligi nisbatan qisqaroq va sezuvchan CCD detektorli lazerlar aralashmalar, polimerlar va ekologik namunalardagi qo'shilmalar tahlili kabi ilovalarni aniqlash uchun ancha quyi chegaralaga ega bo'lishi bilan bu uslubni mikrokomponentlar tahlili (analizi) uchun ideal uslub sifatida namoyon etadi.

Ko'rinadigan sohadagi lazerli Raman spektroskopiya asosan kremniy va kremniyli plastinalardagi turli-tuman qoplamalar tadqiq etiladigan yarim o'tkazgichlar va elektronika hisoblanadi. Dispersion Raman spektroskopiya uslubi yordamida kremniyli mahsulotlarni tadqiq etish kremniyning qiyosiy zo'riqishi va siljishga doir zo'riqishi, shuningdek mahsulot sifati uchun muhim bo'lgan boshqa xossalari to'g'risida ma'lumot beradi. Kremniyli qurilmalar o'lchamlarining kichrayishini hisobga olib, dispersion Raman spektroskopiyaning **makoniy imkoniyatlari** juda muhim hisoblanadi. Bu holda Fure-Raman qo'llanmaydi, chunki kremniy oksidi (shuningdek metallarning ko'plab boshqa oksidlari ham) yaqin sohada lazer bilan qo'zg'atilganida fluoressensiya beradi. Dispersion Raman spektroskopiya uslubi yordamida o'tkazilgan aksariyat tahlil(analiz)larda 633 nm li yoki to'liqlari nisbatan qisqaroq lazerlar qo'llanib, bu yaqin sohada lazer tushadigan fluoressensiyadan etarlicha uzoqlashish uchun amalga oshiriladi.

Dispersion Raman spektroskopiya farmatsevtika va biokimyo sohalari tadqiqotlarida tobora keng qo'llanmoqda. Bularning bari yakka kristallarni tadqiq etish, yuqori darajali makoniy imkoniyat bilan biologik to'qimalarni xaritalashtirish (kartografiyalash) kabi tadqiqotchilikning yangi vazifalari paydo bo'lishi bilan bog'liq. Bu materiallar nur ta'sirida fluoressensiyalashi (yaltirashi, nurni qaytarishi) mumkinligi sababli, bunda 780 nm li lazerdan foydalanish tavsiya etiladi. Kuchli fluoressensiyalash xususiyatiga ega bo'lgan materiallar uchun nisbatan uzunroq, ya'ni 830 nm li lazer ham ishlatilishi mumkin, lekin bunday lazer uchun detektorning cheklovlari spektrlar diapazonini keskin toraytirib yuboradi.

Raman spektroskopiya suvli aralashmalarining tebranish spektrlarini o'rgani imkonini beradi. Suvli aralashmalarni tadqiq etish uchun Fure-Raman uslubidan ham foydalanilishiga qaramay, ammo suv yaqin IK sohada anchagina kuchli o'zaro ta'sirlarga ega. SHuning uchun lazer nurlanishi va Raman yoyilishi suvning yutilishiga ta'sir ko'rsatadilar. Ko'rinadigan sohadagi qo'zg'atuvchi lazerli dispersion Raman spektroskopiya suvli namunalar uchun ko'pincha nisbatan sezuvchan bo'ladi, chunki suv yutilishi namunalar spektrida mavjud emas.

Dispersion Raman spektroskopiya uglerod, yoki kuchli bo'yalgan namunalar kabi **qorong'i (qora) namunalarni** tadqiq etish uchun juda qudratli vosita hisoblanadi. Boshqa ko'pgina uslublar bunday

namunalarning yuzaga keladigan qizishi (to'liq yutilishi) bilan bog'liq muammoga duch kelsa, biroq dispersion Raman spektroskopiya qo'llanganida lazerlar quvvatini kamaytirish imkoniyati mavjudligi tufayli aksariyat holatlarda bu samaraga duch kelinmaydi.

Dispersion Raman spektroskopiya **geologiya va gemmologiyada** noorganik tahlil va identifikatsiyalash maqsadlarida ham keng qo'llanilib, chunki bunda Fure-Raman spektroskopiyada kuzatiladigan metallar oksidi fluoressensiya (nur qaytarish, yaltirash) hodisasiga duch kelinmaydi. Konfokal tahlil (analiz) shu bilan birga nurni namuna ichidagi kichik (lokal) zonada fokuslash (qayd etish) yo'li bilan toshlar va minerallar tarkibidagi qo'shilmalarni tahlil etish maqsadida ham ishlatiladi.

Ko'a qatlamli polimer laminatlar, ko'p qatlamli bo'yoqlar va chuqurligi bo'yicha tahlil qilinishi talab etilgan boshqa namunalar ham konfokal Raman mikroskopiya uchun yaxshi namuna bo'lib keladi. Fluoressensiya (nur qaytarish) bo'lmaganida eng maqbul aksial **imkoniyatlar** va sezgirlikka 532 nm li lazer uchun erishiladi. Ammo to'lqini nisbatan uzunroq lazerlar ham tahlilning ana shu tipi uchun muvaffaqiyat bilan qo'llanishi mumkin.

Fure-Raman spektroskopiya qo'llanishining asosiy yo'nalishlari

Fure-Raman spektroskopiya namunalar fluoressensiya (nur qaytarish) xususiyatli yoki tarkibida shunday xususiyatli mikroaralashmalari bo'lgan namunalar uchun eng maqbul variant hisoblanadi. Fure-Raman spektroskopiya noma'lum moddalarni identifikatsiyalash (solishtirish), xom ashyoni tahlil qilish, tayyor mahsulotni sifat va miqdor jihatidan tahlil qilish uchun farmatsevtika analizi (tahlili) uchun katta muvaffaqiyat bilan qo'llaniladi. SHuningdek bu uslub kombinator kimyoda polimorfizmni o'rganish, moddalarni massasi bilan yoki yuzadagi moddalarni tadqiq etish maqsadida keng qo'llaniladi. Fure-Raman spektroskopiya dispersion Raman spektroskopiyaga nisbatan ma'lum ustunlikka ega, chunki farmatsevtika namunalari ko'pincha 785 nm li lazer bilan qo'zg'atishda fluoressensiyalab, biroq 1 mkm (1000 nm) li lazer bilan qo'zg'atilganida ajoyib spektrlar beradilar.

Xuddi ana shu sabablarga ko'ra Fure-Raman spektroskopiya **kriminalistika** sohasida muhrlangan konteyner yoki qadoq ichidagi namunalar va ashyoviy dalillarni tahlil (analiz) qilish uchun keng qo'llanilib, bunda qadoqni ochish talab etilmaydi, chunki qadog'i namuna spektriga aslo ulush qo'shmaydi. Fure-Raman spektroskopiya noqonuniy narkotik moddalarni tadqiq etish, yashirin laboratoriyalar, portlovchi moddalar va tolalarni aniqlashda katta foyda berishi mumkin. Ko'chada sotiladigan narkotik moddalar va yashirin laboratoriyada ishlab chiqarilgan namunalar ko'zga ko'rinadigan lazer bilan qo'zg'atilganida ko'pincha fluoressensiyalanib (nur qaytarib, yaltirab) ammo yaqin IK sohada lazerdan qo'llagan holda osonlik bilan aniqlanishi mumkin (Fure-Raman spektroskopiya).

Sof polimerlar odatda fluoressensiyalanmaydi, ammo ular tarkibiga qo'shiladigan **antislejivatellar** va plastifikatorlar kabi turli mikroqo'shilmalar ko'rinadigan sohadagi lazer bilan qo'zg'atilganida fluoressensiyalanishi (nur qaytarishi, yaltirashi) mumkin. Fure-Raman spektroskopiya ko'pincha aksariyat polimetr namunalar uchun qo'llaniladi.

Fure-Raman spektroskopiya pulpa, qog'oz, to'qimachilik mahsulotlarining kimyoviy tadqiq etishda, hamda neft-kimyo sohasida keng qo'llanadi. Uslub Raman bibliotekalari mavjudligi tufayli noma'lum moddalarni solishtirish, identifikatsiyalash uchun juda qulay hisoblanadi. Fure-Raman spektrometrlari ichki kalibrovkasi mavjud bo'lib, shu sababli ular to'lqinlar soniga ko'ra juda katta aniqlikka ega. Miqdor va sifat tahlili (bibliotekalar bo'yicha izlash) uchun to'lqinlar soniga ko'ra yuqori darajadagi aniqlikka ega bo'lish talab etiladi.

Fure-Raman spektroskopiya xom ashyoni qiyoslash (identifikatsiyalash) yoki tayyor mahsulotni tahlil qilish kabi oddiy (rutinniy) tahlil uchun juda qulay uslub bo'lib, uslubiyotini ishlab chiqish soddaligi va avtomatlashtirish imkoniyati bilan ajralib turadi. Sodda va tushunarli dasturiy ta'minoti tufayli asboblarda boshqarishda ancha qulay, asbob-uskunalarni o'zlashtirib olish va olingan ma'lumotlarga ishlov berish uchun esa juda oz vaqt o'rganish talab etiladi.

Raman spektroskopiya imkoniyatlari ancha keng bo'lgan qudratli analitik vosita hisoblanadi. Uslubdan foydalanish soddaligi bilan farq qilib, chunki namuna tayyorlash deyarli talab qilinmay, olinadigan spektral axborotdan esa ham identifikatsiya (solishtirish), ham miqdoriy tahlil maqsadlari uchun foydalanish mumkin.

Dispersion Raman spektroskopiya, Fure-Raman spektroskopiya kabi muayyan turdagi namunalar uchun o'z ustuvor jihatlariga ega. bu uslublar farmatsevtika, polimer sanoati, neft-kimyo, kriminalistika, geologiya sohalarida, qorong'i (qora) namunalar va suvli aralashmalarni tadqiq etishda muvaffaqiyat bilan qo'llanib kelmoqda.

Ko'pgina ilovalarda mazkur uslubda tahlil etiladigan namunalarning asl nusxaga mosligini tekshirib ko'rish o'ta muhim o'rin tutadi. Ko'p hollarda modellashtirish yoki sintetik "standartlar" barcha ta'sirlar yoki real namunaning fonini aks ettira olmay, shu sababli ana shunday «standartlar» yordamidagi dastlabki baholash noto'g'ri natijalar keltirib chiqarishi mumkin.

Dispersion va Fure-Raman spektroskopiya uchun asboblarni etkazib berish bilan shug'ulladigan ishlab chiqaruvchigina ilovangiz o'ta aniq va to'liq tarzda baholanishini ta'minlab berishi mumkin. Bu holda dispersion va Fure-Raman spektrometridan birini tanlash masalasi tahlilingiz uchun optimal natijaga asoslanib, sizning qaroringiz mazkur ishlab chiqaruvchining asboblarning faqat bir tipi bilan cheklanmay, bu esa umuman Raman spektroskopiya imkoniyatlarining yarminigina namoyish etadi, xolos.

11-MA'RUZA. MASS SPEKTRAL TAHLIL. NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Mass-spektroskopiyasining nazariy asoslari va yaratilish tarixi.
2. Mass-spektrometrning tuzilishi va spektrlar olish sharoitlari.
3. Moddalarni mass-spektrlarini interpretatsiya qilish usullari.
4. Mass-spektral tahlillarini dori moddalar sifatini va miqdorini aniqlash uchun qo'llash.

Tayanch so'z va iboralar:*Mass-spektrometriya, mass analizator, ion manbai, Plank formulasi.*

Mass – spektroskopik tahlil.

Nazariy asoslari va dori moddalar tahlilida qo'llash.

Mass-spektrometriyaning qisqacha tarixi.

Mass-spektroskopik tadqiqotlar ham boshqa spektroskopik usullar kabi modda molekulasini ichki energiyasini oshirish yo'li bilan olib boriladi. Mass-spektroskopik jarayonlarni to'la tushunish uchun katod (Kruks) trubkasida sodir bo'ladigan hodisa bilan tanishib o'tamiz. Manfiy va musbat elektrodlar orasida 10000 volt kuchlanish hosil qilinganda kuchli elektr quvvati ta'sirida katod yuzasidan hamda siyraklashtirilgan gaz atomlaridan elektronlar ajralib chiqadi va anod tomon xarakatlana boshlaydi. Ma'lum tezlikka ega bo'lgan elektronlar oqimi o'z yo'lida boshqa neytral atomlar bilan to'qnashib bu atomlardan ham qo'shimcha elektronlarni urib chiqaradi (chaqnama razryad), ya'ni shu damda atomlarni tezligi muayyan darajada yuqori bo'lgan elektronlar bilan bombardimon qilish jarayoni yoki elektron zarb hodisasi vujudga keladi. Yuqori quvvatli elektr maydoni va elektron zarb natijasida elektronlardan ajralgan atomlar musbat zaryadlanib, manfiy qutb tomon intiladi va katod sathida o'yilgan tirqishlardan (kanallardan) yuqori tezlik bilan o'tib trubkaning shu tomoniga surtilgan SnS qatlamida chaqnash hosil qiladi. Bunday zarrachalar oqimini kanal nurlari deb atalgan.

Dj.Tomson katod trubkasiga turli o'zgarishlar kiritib shu uskunalarda elektron va kanal nurlari oqimini elektr va magnit maydonlari ta'sirida og'ishini o'rgandi. Natijada 1897 yilda elektron zaryadining uning massasiga bo'lgan nisbati z/m o'zgarmas kattalik ekanini hamda elektron oqimining bir xil magnit va elektr maydonlaridagi og'ish traektoriyasi vakuumdagi gazning va katod elementining tabiatiga bog'liq emasligini aniqladi. Musbat zaryadli kanal nurlarining og'ish traektoriyasi bir sharoitdagi magnit va elektr maydonlarida har-xil gazlar uchun doimiy bo'lib chiqmadi. Bunda trubkadagi siyraklashtirilgan gazning atom massasi og'irroq bo'lganda kamroq va engil gaz atomlari mavjud bo'lganda ko'proq og'ish traektoriyasi bilan xarakatlanishini kuzatdi.

Kanal nurlari oqimini atroflicha o'rganish, musbat zarrachalarning xarakat traektoriyasi bilan gazning atom massasi

hamda tashqaridan ta'sir etuvchi magnit va elektr maydonlari quvvati orasida uzviy bog'lanish mavjudligini ko'rsatadi. Bu sohada olib borilgan navbatdagi tadqiqotlar va Tomson probir larining har taraflama mukammallashtirilgan usul -massspektroskopik tahlilni fanga kirib kelishiga asos bo'ldi.

Birinchi mass-spektroskopik qurilmalar Vin (Wien W., 1898y), Aston (Aston F.W., 1919y) va Dempster (Dempster A.Z. 1918y) nomlari bilan bog'liqdir. O'zbekiston Fanlar Akademiyasining muxbir a'zosi O'.X.Rasulev va O'simlik moddalari kimyosi institutining mass-spektrometriya bo'limi rahbari, kimyo fanlari doktori YA.V.Rashkes bu sohada samarali ilmiy tadqiqotlar olib bordilar.



Mass-spektrometrning sxematik tasviri.

Mass-spektroskoplarning ishlash usullari va asosiy qismlari.

Mass-spektroskopik tadqiqotlar yuqori vakuumda tekshiriluvchi moddani gaz xolatiga o'tkazib tegishli yo'llar bilan modda molekulasini ionlashtirish va hosil bo'lgan ionlarni kuchli elektr maydoni vositasida ma'lum yo'nalish bilan magnit maydoni tomon tezlatish orqali olib boriladi. Magnit maydonida ionlar massalarining zaryadga bo'lgan (m/z) nisbatda alohida massali ion dastasiga ajratiladi. Optik usullarda nurni kerakli yo'nalishda fokuslaydigan va ma'lum to'lqin uzunliklarga ega bo'lgan qismlarini ajratib olish uchun ishlatiladigan (dispersiyalaydigan) linza va prizmalar o'rnini mass-spektroskopiya ionlar dastasining xarakat yo'nalishi elektr va kuchli magnit maydonlari vositasida belgilanadi.

Mass-spektroskoplarning ba'zilar tahlil qilinayotgan ionlarni fotoplenkaga chiziq (grafik) xolida tushirish yo'li bilan qayd qiladi, ularni mass-spektrograflar deb ataladi, boshqalari ionlarning zaryad kuchini elektron kuchaytirgichlar yordamida o'lchaydi, bunday priborlarni mass-spektrometrlar deb nomlanib, biz mazkur uskunalar yordamida olinadigan organik moddalarga xos bo'lgan ma'lumotlar haqida so'z yuritamiz.

Mass-spektrometrlar asosida quyidagi qismlar yotadi:

1. Yuqori vakuum hosil qiluvchi sistema;
2. Ion manbai;
3. Mass-analizator - magnit maydoni;
4. Detektor - ionlarni qayd qiluvchi sistema.

Vakuum va ion manbai sistemalari.

Mass-spektrometrik tahlil usulida yuqori vakuum katta ahamiyat kasb etadi, chunki vakuumda, birinchidan, moddalarning

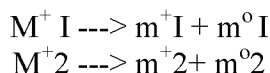
gaz xolatiga o'tishi osonlashadi va ikkinchidan, hosil bo'lgan ionlarning boshqa neytral molekulalar bilan to'qnashuv extimoli keskin kamayib priborning sezgirliги oshadi. SHu sababli mass-spektrometrlar yuqori vakuum hosil qiluvchi nasoslar bilan jihozlangan.

Mass-spektrometrlar ion manbai ancha murakkab va birinchi darajali hisoblanib, o'rganilayotgan ob'ekt shu erda gaz xolatiga o'tadi hamda katod yuzasidan chiqayotgan energiyasi 40-70 ev ga teng bo'lgan elektronlar ta'sirida modda molekulasidan elektron urib chiqariladi. Molekula qo'zg'algan ion-molekulaga aylanadi:



Ionlashgan molekullarning bir qismi barqaror bo'lmagan yashash davri juda qisqa -10^{-8} sekund davom etib quyidagi 2 sxema bo'yicha ion manbaining o'zida parchalanadi va kichik massali fragment ionlarni hamda molekulaning neytral bo'lakchalarini vujudga keltiradi.

2-sxema



ion mol. neytral bo'lakcha

Kuchli tezlatuvchi kuchlanish hamda ionlarni ma'lum chiziq bo'ylab yo'naltiradigan elektr maydonlari ta'sirida hamma musbat zaryadli ionlar bir traektoriya bilan ion manбайдan katta kinetik energiya bilan otilib chiqadi.

Mass-analizator

Mass-spektrometrlarda mass-analizator sifatida elektromagnit qo'llaniladi. Magnit maydoni kuchlanishini elektr quvvati bilan boshqariladi. Ion manбайдan kelayotgan bir xil energiyali ionlar oqimi magnit maydonida massalariga muvofiq ravishda bir-biridan ajrala boshlaydilar. Har bir zaryadi Z-ga teng bo'lgan U-tezlikda H-kuchlanish qiymati bilan magnit maydonida harakatlanayotgan ionga $H = U - \text{kuch ta'sir etadi}$, bu kuch markazdan qochish kuchiga teng bo'lib, ionlarni R - radiusli traektoriyasi bo'ylab yo'naltiradi. YA'ni:

$$\frac{mu^2}{R} = H = U \quad (2)$$

(1) va (2) ifodalarni umumlashtirsak,

$$\frac{mH^2}{z^2} = \frac{R^2}{V} \quad (3) \text{ - mass-spektrometrning yakuniy formulasiga ega bo'lamiz}$$

Aksariyat priborlarda R va V kattaliklar o'zgarmas bo'lib, m/z qiymatni olish uchun faqat elektromagnit maydoni kuchlanishini (H) o'zgartiriladi.

Bir xil kattalikdagi magnit maydoni kuchlanishida faqatgina bir xil massali ionlar detektorda qayd qilinadi. Lekin bu maydon ta'sirini bir meyorda pastdan yuqoriga yoki Yuqorida n pastga boshqariluvchi ionlarni massalariga muvofiq detektorga bir tartib bilan kelib tushishini ta'minlaydi.

Detektor va ionlarni spektr sifatida yozib olish.

Detektorlar qabul qilgan ion zaryadining $10^{-7} - 10^{-9}$ amperga teng bo'lgan, deyarli sezilmas elektr quvvatini elektron kuchaytirgichlar yordamida bir necha daraja oshirish orqali hosil bo'lgan signallarni katta tezlik bilan avtomatik yozib oluvchi qismlarga o'tkazadi. Odatda tekshirilayotgan modda mass-spektrini sezgirliги yuqori bo'lgan ossilloqraflar yordamida foto qog'oz lentalariga tushiriladi.

Fotolentalarga tushirilgan mass-spektr chiziqlarining har biri ma'lum massani bildirib bu kattalik $2m/z$ - massaning zaryadga nisbati sifatida qabul qilingan. Bu qiymat ionning spektrda qaysi nuqtada joylashishini belgilaydi. Masalan, sirka kislotasining $-CH_3COOH$ spektridagi M^+ ion 60 m/z va uning bo'lakcha ionlari 43m/z 45m/z qiymatlarda ko'rinadi (rasm).

Molekulyar pik (cho'qqi), ona ion cho'qqisi (piki) yoki ona ion deb nomlanadi. Ulardan xosil bo'lgan bo'lakcha ionlarini qiz ionlar (dochernie iony) yoki fragment ionlar deyiladi.

Mass-spektrni ko‘rinishga keltirish uchun spektrdagi eng yuqori cho‘qqini 100%-asosiy signal deb qabul qilib, qolgan cho‘qqilarni shunga nisbatan hisoblanadi va standart rasm yoki jadval sifatida tadqiq qilinadi. Rasm ko‘rinishda olish uchun abssissa o‘qiga m/z qiymatlarning oshib borishi va ordinata o‘qiga parallel ravishda tegishli ionlarning balandligini (zaryad quvatini) % qiymatlari chizib chiqiladi. Jadval ko‘rinishda esa, m/z qiymat yoniga kichik qavsda yoki alohida ustun bo‘ylab ionlarning zaryad quvvati % qiymatlari yoziladi.

Bundan tashqari mass-spektrdagi umumiy ionlar signali balandligi (umumiy ion-toki) jamlanib chiqqan natijani 100% va alohida ion signali balandligi umumiy ion-tokiga nisbatan ham hisoblanadi. (Bunday natijalar ekvivalent tarkibli birikmalarning va diastereomer moddalarning mass-spektrlaridagi o‘xshashlik va tafovutlarni aniqlash maqsadida qo‘llaniladi).

Mass-spektrometrlarning har tomonlama takomillashuvi bu fizik proborlarning sezgirligini nihoyatda oshirdi va tahlil uchun 10^{-6} - 10^{-12} gramm miqdordagi modda bo‘lsa kifoya qiladi. Moddaning to‘la mass-spektrini yozib olish vaqti ko‘pi bilan 1-2 daqiqa davom etadi. SHu xususiyatlari bilan mass-spektrometriya boshqa fizik usullar qatoridan salmoqli o‘rin olgan.

Zamonaviy elektron hisoblash mashinalarini (EXM) mass-spektrometrlar bilan kombinatsiyasi tadqiqot natijalarini EXM ekranlariga grafik shaklda va raqamlar xolida chiqarish hamda hisoblash jarayonlarini avtomatik ravishda olib borish, so‘ngra spektrlar to‘g‘risidagi umumiy ma’lumotlarni EXM banklarida saqlash kabi imkoniyatlarni yaratdi.

Masalan: etil spirti mass-spektrini kompyuterda quyidagicha yozib olish mumkin:

m/z 15 28314546

J 92 402 1000230 120

Ya’ni % maksimal cho‘qqi qiymati 1000 deb qabul qilinib, qolgan cho‘qqi qiymatlari unga nisbatan olinadi.

Ionlarning turlari

Molekulyar ionlar, ularning hosil bo‘lish jarayonlari va barqarorligi.

Spektroskopianing umumiy qonuniyatlaridan ma’lumki, molekulaga yo‘naltirilgan foton oqimlari molekula tomonidan birdaniga ma’lum hajmda (kvant xolida) tanlab yutiladi, natijada uning ichki energiyasi

$$E = E_{\text{elektron}} + E_{\text{tebranma}} + E_{\text{aylanma}} \quad (4)$$

diskret ravishda, ya’ni narvonning pillapoyalaridan ko‘tarilganligidek sakrash bilan oshadi va energiyaaning o‘zgarishi Plank formulasiga muvofiq yutilayotgan fotonlar chastotasiga bog‘liq xolda o‘zgaradi.

$$E = h\gamma \quad (5)$$

E - fotonlar energiyasi

h - Plank doimiysi $6,625 \cdot 10^{-34}$ Dj.Gs⁻¹

γ - chastota

Bu xolda xar bir energiya xolatida bo‘ladigan o‘zgarishlar-ni quyidagicha ifodalash mumkin:

$$\gamma = \frac{1}{h} (E_{\text{elektron}} + E_{\text{tebranma}} + E_{\text{aylanma}}) \quad (6)$$

Bu ifoda molekula o‘zining ortiqcha ichki energiyasini nurlanish yoki tebranma va boshqa harakatlar natijasida sarflab asosiy xolatiga qaytganda ham saqlanib qoladi.

Mass-spektrometrda molekulalarni ionlashtirish uchun 10-15

ev energiyali elektronlar oqimi kifoya qiladi va bu kattalikni - molekulalarning ionlashish potentsiali deyiladi. Katod yuzasidan otilib chiqayotgan elektronlar energiyasi aniq o'lchamli bo'lmasligi sababli elektron zarb bilan molekulalarning ionlashish potentsialini aniqlab bo'lmaydi. Bu maqsad uchun energiyasi standart moddalar bilan darajalangan monoxromatik ultrabinafsha nuridan foydalaniladigan fotoionizatsion mass-spektrometrlar qo'llaniladi.

Har qanday organik moddalarning ionlashish potentsiallari

7-15 ev oralig'ida bo'lib, alohida molekula uchun aniq o'lchamga ega (benzol uchun 9,24 ev, metan uchun 13,1 ev).

Fragment ionlar.

Ion-molekulalarning barqaror bo'lmagan turlari struktur qurilishiga muvofiq ayrim atomlar orasidagi bog'larning batamom uzilib ketishi orqali parchalanish jarayoniga kiradi. Fragment ionlarning hosil bo'lishi, birinchidan, M^+ ionlardagi bog'larning oddiy uzilishi bilan tugallanadi, ikkinchidan, ikki atom orasidagi bog'ning uzilishi molekulaning boshqa qismida ham o'tadigan parchalanish jarayoni bilan bevosita bog'liq bo'ladi.

Elektron zarb usuli bilan ishlaydigan mass-spektrometrlarda elektronlar energiyasi 40-70 ev oralig'ida bo'lib, birikmalar mass-spektrida ham molekulyar, ham fragment ionlar qayd qilinadi. Umuman "elektron zarb" - termini uncha to'g'ri bo'lmay, mass-spektrometriya amaliyotida bu termin orqali elektronlar yordamida moddalar ionlarga o'tkazilishini tushuniladi.

Ko'chishda yakka elektron yoki vodorod atomi bir elektron bilan qatnashsa, ularni sxemada qarmoq shaklida bir ilgakli o'q ($\rightarrow$) sifatida tasvirlanadi. Atomlar orasidagi bog'ni yakka elektronlarning ko'chishi bilan uzilishi gomolitik ajralish deyiladi. Fragmentatsiyada ikki elektronning ko'chishi sodir bo'lsa, ikki ilgakli egri o'q ($\curvearrowright$) sifatida ifodalanib geterolitik uzilish deyiladi.

Fragmentatsiya chizmalarida bog'larning uzilishini molekula atomlari orasidan to'liq chiziqli o'tkazib ham tasvirlash mumkin. Fragment massasi to'liq chiziqli chiziqli shu fragmentga tegishli tarafga yoziladi. Cho'qqi intensivligi ion massasining o'ng tarafga qavs ichiga olib yoziladi:

Tadqiq qilinayotgan noma'lum birikmalarning mass-spektri olinayotganda birinchi navbatda ularning molekulyar massasini bilish zarur. Molekulyar massa moddaning molekulyar ionlarining m/z qiymatiga teng bo'lishini ta'kidlab, bu ionlarning mass-spektrda ko'rinishini kuzatamiz. Mass-spektrdagi eng yuqori m/z qiymatli cho'qqi tekshirilayotgan birikmaning M^+ ionidan hosil bo'lishi mumkin, ammo shu cho'qqidan pastki boshqa m/z qiymatlarida birikmaning strukturasiga mos keluvchi fragment ionlarning mavjudligi bilan tasdiqlanishi darkor. Agar tekshiriluvchi modda aralashma bo'lsa, mass-spektrda alohida birikmalarning M^+ ion cho'qqilarini ko'rish mumkin, lekin fragment ionlarni talqin qilish - interpretatsiyasi murakkablashadi.

M^+ ion cho'qqisining intensivligi xususiyatiga mos ravishda 0-100% oralig'ini tashkil etishi mumkin. M^+ ion cho'qqilari ko'rinmaydigan beqaror molekulalarning massasi spektrdagi tegishli fragment ionlar yordamida aniqlanadi.

Odatda uglevodorodlar, kislorod, oltingugurt va galogen saqlagan birikmalarning M^+ ionlari juft sonli m/z qiymatli, ulardan vujudga kelgan fragmentlar bog'larning uzulishiga qarab toq yoki juft qiymatlarga ega bo'lishi mumkin. Molekulada bitta (toq) azot bo'lganda M^+ toq m/z qiymatli, azot atomlari juft miqdorda qatnashsa, M^+ juft m/z qiymatga ega bo'ladi.

Oddiy fragment ionlar

Molekulyar ionlarda bog'larning gomolitik uzilishi natijasida oddiy fragment ionlar vujudga keladi. Bularga misol tariqasida M^+ ionlardan metil, gidroksil, etil, propil, fenil va boshqa radikallarni ajralishini keltirish mumkin.

Ionlarning qayta gruppalanishi

Ko'pgina moddalarning molekulyar ionlari va keyingi parchalanish bosqichiga o'tgan oddiy fragment ionlar qayta gruppalanish jarayoni orqali neytral fragmentlar hosil qilib parchalanadilar.

Qayta gruppalanish yo'li bilan boradigan fragmentatsiya jarayoni to'rt, olti va undan ko'p a'zoli o'tish xolatlariga ega bo'lishi mumkin.

Metastabil ionlar

Mass-spektrlarda asosiy M^+ ion cho'qqilaridan tashqari intensivligi past dungsimon-qavariq signallarni paydo bo'lganini kuzatish mumkin. Bu signallar doimo kasrli m/z qiymatlarga to'g'ri keladi. Bunday cho'qqilar mass-spektrometriyada metastabil ionlarning cho'qqilari deb yuritiladi.

Metastabil ionlarning tadqiqoti moddalarning fragmentatsiya yo'llarini va ionlarning termodinamik jarayonlarini o'rganishda ahamiyati kattadir.

Qo'shzaryadli ionlar

Ionizatsiya jarayonida molekulalardan bir nechta elektronlarning urib chiqarilishidan ko'p zaryadli ionlar vujudga keladi. Ko'pincha to'yinish darajasi o'ta past bo'lgan ko'p xalqali moddalarning molekulalari bunday jarayonga moyil bo'ladi.



$m/2z$

m massali zv energiyali ko'p zaryadli ionlarning spektrda-

gi m/z qiymati mass-spektrometriyaning formulasiga muvofiq ularning xaqiqiy massasidan zaryadiga mos ravishda -2, 3 yoki 4 marotaba kichik bo'ladi. Odatda bunday ionlar spektrda uchi o'tkir intensivligi past bo'lgan nozik signal beradi.

Beqaror ikki zaryadli ionlar parchalanganda ikkita bir

zaryadli yoki bittadan qo'shzaryadli ion va neytral fragmentlarni vujudga keltirish mumkin:



Izotop ionlar va ularning mass-spektrda aks etishi.

Nishonli atomlar.

Elementlarning izotoplari faqat yadrodagı neytronlarning

soni bilangina farqlanadi va ularning massalari neytronlarning soniga mos ravishda bir birlik bo'yicha o'zgarib boradi. Tabiiyki bunday o'zgarish mass-spektrda yaqqol qayd qilinadi.

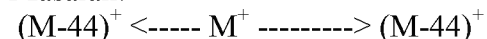
Moddalarning mass-spektrlarini interpretatsiya qilishda molekuladagi ayrim vodorod atomlarini deyteriy atomiga almashtirish katta ahamiyatga molik. Bu usul bilan juda ko'p birikmalarning mass-spektrlari to'la tahlil qilinib, ularning parchalanish-fragmentatsiya yo'llari isbotlangan.

Ionlar masasining aniq o'lchamini olish va element tarkibini aniqlash.

Oddiy mass-spektrni talqin qilganimizda har doim, metastabil va qo'shzaryadli ionlarni hisobga olmaganda, butun sonli m/z qiymatlar olinadi.

Tekshirilayotgan ionning aniq massasini bilishning ahamiyati shundaki, bir signal ostida yashiringan turli tarkibli ionlardan fragmentatsiya jarayonida alohida fragmentlar vujudga kelishi mumkin va oddiy mass-spektrni talqin qilish bunday xollarda murakkablashib ketadi. O'rganilayotgan ion signalini alohida tarkibli cho'qqilarga ajratilganda tahlil qilish engil ko'chadi.

Masalan:



$M=44,026215$ $M=43,969830$

Mass-spektrometriyada massa o'lchovi sifatida asosan uglerod birligi qabul qilinib, uning massasi 12,000000 aniqlikda belgilangan. Boshqa elementlarning atom massasi shu standart birlikka nisbatan olingan (jadvalga qarang).

Ayrim element va ionlarning aniq massa o'lchamlari.

element	m/z	Aniq massa 12s=12,000000	element	m/z	Aniq massa 12s=12,000000
I_N	1	1,007825	19_r	19	18,998405
12_s	12	12,000000	31_r	31	30,973763
14_N	14	14,003074	35_s1	35	34,968896
16_o	16	15,08250	37_s1	37	36,965896
Butan S_4N_{10}	58	58,078250	Kumol S_9N_{12}	120	120,094900
Atseton S_3N_6O	58	58,041865	Atsetofenon S_6N_6O	120	120,057515

Mass-spektrometrik parametrlar

Kezi kelganda shuni qayd qilish kerakki, mass-spektrometrlar quyidagi parametrlar bilan xarakterlanadi.

1. Massa chegarasi (diapazon mass - mass-spektorometrning m/z dan boshlab eng yuqori massalargacha bo'lgan spektr olish quvvatini bildiradi).
2. Sezgirlik - eng kam miqdordagi ion zaryadli quvvatini sezish qobiliyati (kulon/gramlar hisobida).
3. Massalar dispersiyasi - 1mm masofada ionlar dastasi massasining 1% ga o'zgarishi $M/\Delta M$ - ni aniqlaydi.
4. Ionlarni ajratish kuchi-mass-spektrometrning ikkita bir-biridan massalari bilan minimal ΔM miqdorda farqlanadigan M_1 va M_2 ionlarni alohida qayd qilish qobiliyatidir.

$$R = \frac{M_1}{M_1 - M_2} = \frac{M_2}{\Delta M} \quad (10)$$

Noma'lum organik birikmalarning strukturasini mass-spektrometriya qonuniyatlari yordamida aniqlash

Tadqiq qilinayotgan noma'lum strukturali birikmalarning mass-spektrlarini talqin qilishda quyidagi izlanish metodlariga amal qilish katta ahamiyatga ega.

1. Mass-spektrda birikmaning molekulyar M^+ ionini to'la ishonch bilan aniqlash.
2. Moddaning mass-spektridagi fragment ionlarning kelib chiqishini va ularning molekulyar iondan hosil bo'lishida qanday bo'lakchalar hosil bo'lishini topish.
3. Ikkinchi va uchinchi bosqichdagi fragmentatsiya jarayonlarini hisobga olish. Bunda metastabil ionlarning spektrda mavjud bo'lishi tadqiqotchiga katta yordam beradi.
4. Modda mass-spektri bo'yicha organik birikmalarning qaysi sinfiga mansub ekanini aniqlash. Tadqiqotchining ko'p yillik ilmiy tajribasi va mass-spektrlar bo'yicha chop etilgan atlaslar bu masalani echishda juda qo'l keladi.

5. Zarurat tug'lsa molekulyar ion M^+ va asosiy fragment ionlarning element tarkibini topish.
6. Deyteroalmashuv va foydali sodda reaksiyalar yordamida o'rganilayotgan birikmaning (metil, atsetil, gidroliz va boshqa maxsusotlari) hosilalari mass-spektrlarini bevosita taqqoslash orqali talqin qilish kabi vazifalarni bajarib, berilgan masala tugunlar echimini berish.

SHuni ta'kidlash lozimki, birikmalarning har qanday fizikaviy tadqiq qilish usullari bilan o'rganilganda har bir usulning boshqa usullarga nisbatan ustunligi hamda kamchiligi mavjud bo'lishi mumkin. Lekin fizikaviy tekshirish usullarini kompleks tadbqiq qilish natijasi har doim to'la samara berishiga kafolat berish mumkin. Bunda, albatta tadqiqotchi olib borayotgan ilmiy izlanishlari foydalanayotgan fizikaviy usullarning mohiyati va qonuniyatlarini to'la tushunmog'i darkor.

12-MA'RUZA. FLUORIMETRIK USUL, NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Fluorimetrik tahlil usulining nazariy asoslari
2. Lyuminessent tahlil usulining tasniflanishi.
3. Stoks-Lommel qonuni.

Tayanch soʻz va iboralar: *Lyuminissensiya, katodolyuminissensiya, fotolyuminissensiya, rentgenolyuminissensiya, radiolyuminissensiya, ionolyuminissensiya, elektrolyuminissensiya*

Tahlilning lyuminessent usuli

Nazariy asoslari. Bir xil tur moddalar xona haroratida qizdirilmasa ham oʻzlaridan yorugʻlik tarqatadilar. Bu xodisa sovuq nur sochish yoki *lyuminessensiya* deb ataladi. **Lyuminessensiya** lotincha *lumen* — nur va -escent — kuchsiz taʼsir maʼnolarini anglatadi. Atomlar va molekulalarning yorugʻlik energiyasini yutish xususiyatiga koʻra, ular yorugʻlik energiyasini oʻzlarida yigʻadilar. Bu atomning qoʻzgʻalishiga sabab boʻladi. Qoʻzgʻalgan atom yoki molekulalar oʻzlarining ortiqcha energiyalarini yoki shu energiyaning bir qismini yorugʻlik koʻrinishida nurlantirishlari mumkin. Ortiqcha energiyaning boshqa qismi moddadagi elektronlarni uzishga - moddani ionlashtirishga, fotokimyoviy reaksiyalarga, moddani qizdirishga sarflanishi mumkin. Lyuminessent nurlanish yorugʻlik taʼsiri toʻxtagandan keyin nisbatan uzoq vaqt davom etishi mumkin. Nurlanish davomiyligi turli lyuminessent moddalar uchun turlichadir: soniyaning milliardlar ulushidan (alohida atom va molekulalar uchun) to soatlar va hattoki bir necha sutkagacha (kristallofosforlar uchun) davom etishi mumkin.

Lyuminessent tahlil usuli jarayon holatidan kelib chiqib, qoʻyidagicha sinflanadi.

I. Nurlanuvchi modda tabiatiga qarab:

- a) atomlar lyuminessensiyasi
- b) molekulalar lyuminessensiyasi
- v) qattiq jism lyuminessensiyasi

II. Lyuminessensiya jarayoni tabiatiga qarab:

- a) fluoressensiya
- b) sekinlashgan fluoressensiya
- v) fosforenressensiya

III. Qoʻzgʻalish energiyasi manbaiga qarab:

1. **Fotolyuminessensiya (fluoressensiya)** - yorugʻlik yoki nurlanish energiyasini yutilishi natijasida hosil boʻladigan nurlanish.
2. **Katodolyuminessensiya** – yuqori tezlikda harakatlanayotgan elektronlar, bombardimoni natijasida hosil boʻladigan nurlanish.
3. **Rentgenolyuminessensiya**
4. **Radiolyuminessensiya**
5. **Ionolyuminessensiya**
6. **Alfa-lyuminessensiya**
7. **Elektrolyuminessensiya**
3. **Xemilyuminessensiya** - kimyoviy jarayonlar natijasida hosil boʻladigan nurlanish.
4. **Tribolyuminessensiya** - ishqalanish natijasida hosil boʻladigan lyuminessensiya nurlanishi.

Lyuminessensiya turlari qoʻzgʻalish energiyasi xarakteri, nurlanish davomiyligi va lyuminessensiyalovchi moddaning kimyoviy xususiyatlari bilan aniqlanadi.

Barcha lyuminessensiyalanuvchi moddalar umumiy *lyuminiforlar* nomi bilan ataladi. **Lyuminofor** lotincha **lumen** — nur va grekcha **phoros** — tashuvchi maʼnosini anglatadi. Qoʻzgʻalishiga qarab ular fotolyuminoforlar, rentgenolyuminoforlar, radiolyuminoforlar, katodolyuminoforlar, elektrolyuminoforlarga farqlanadi. Ayrim **lyuminoforlarni aralash turi ham uchraydi**(M, ZnS·Cu

foto-, katodo- i elektrolyuminoformom hisoblanadi). Odatda neorganik nurlanuvchi moddalar **lyuminiforlar** deb, organik nurlanuvchi moddalar esa **organolyuminoformlar** deb ataladi.

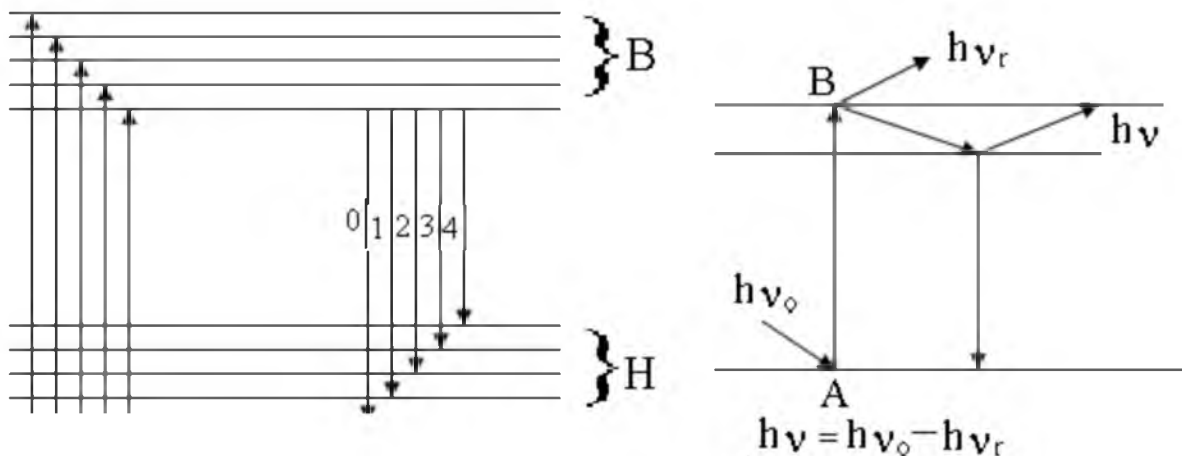
Agar fluoressensiya hosil bo'lishida kristallar ishtirok etsa, bu tur nurlanish **kristallofosfor nurlanish** deb ataladi.

Lyuminoformlarni tahlil uchun ishlatilishi ko'p qirralidir. Lyuminessensiya rangiga qarab turli moddalarni aniqlash mumkin (sifat tahlil), buni tog' jinslarni tarkiblarga ajratishda, shisha, surtma moylar sifatini aniqlashda, ifloslanishni aniqlashda, tibbiyotda, qishloq xo'jaligida ishlatiladi. Masalan, sifati yaxshi va buzilayotgan don o'zidan turlicha nurlanish chiqaradi. Ko'pgina organik preparatlarni ham bir-biridan ajratish mumkin.

Lyuminessent mikroskopiyaning metal quymalarida defektlarni aniqlash uchun ishlatiladi. Detal yuzasiga lyuminessensiyalanuvchi mineral moy suriladi. Bu moy detal yorig'larida o'rnatilib mineral moyni detal yuzasidan olib tashlaganda ham darzlarda orasida saqlanib qoladi va lyuminessensiyalanadi.

Lyuminessensiyaning hosil bo'lishi.

Analitik tajribada tahlil qilinayotgan eritmalar va kristallofosforlarni ultrabinafsha yorug'likda nurlanishi - fluoressensiya moddalar tahlilida keng qo'llaniladi. Oddiy ko'rinishda lyuminessensiyani uyg'onishi va nur sochishni quyidagi sxema chizma **holida** ko'rsatish mumkin, bu erda N - 0, 1, 2, 3, 4 tebranuvchi kichik qavatlariga ega bo'lgan atom asosiy holati (normal darajasi) V- 0,1, 2, 3, 4 tebranuvchi kichik qavatlariga mos kelgan atomning uyg'onish (darajasi) holati.



Yuqoriga yo'nalgan o'qlar elektronlarni yorug'lik kvantini yutganida yoki nurlangandagi o'tish yo'nalishini ko'rsatadi, o'qlar uzunligi to'liq chastotasiga to'g'ri proporsional yoki to'liq uzunligiga teskari proporsional.

N qavatdan V_0, V_1, V_2, V_3 va V_4 qavatlariga o'tish yorug'lik absorbsiyasi (yutilishi) natijasida ro'y beradi. So'ngra $10^{-9} - 10^{-8}$ soniya vaqt davomida elektronlar tebranishi kichik qavatlarida qayta taqsimlanib, elektronlarning ehtimolligi katta bo'lgan V_0 qavatdan N_0, N_1, N_2, N_3 va N_4 kichik qavatlariga o'tishi natijasida yorug'lik kvantlarining nurlanishi ro'y beradi.

Fluoressensiya spektrining to'liq uzunligi yutilish spektriga nisbatan kattaroqdir. Elektronlarning normal qavatdan uyg'ongan qavatga va teskari qaytib o'z qavatiga o'tishi boshqa kichik qavatlarida ham amalga oshishi mumkin. Natijada yutilish spektriga nisbatan uzunroq to'liqlar tomoniga surilgan keng strukturasiiz flyuorensensiya spektri hosil bo'ladi.

Stoks - Lommel qonuni – fluoressensiyalanish nuri spektrini maksimumi tushayotgan nur spektri maksimumiga nisbatan doimo uzun to'liqlar tomon siljigan bo'ladi.

Ultra-binafsha nurlanishni yutib, fluoressensiyalanadigan moddalar turli rangda fluoressensiyalanishi, mumkin. Masalan: ko'k yorug'lik bilan uyg'onadigan moddalar och binafsha rang taratmasdan balki, yashil-sariq qizil, ya'ni spektrning uzun to'liq qismida joylashgan yorug'lik taratishi mumkin. YUtilish spektrining maksimumi va lyuminessensiya spektrining maksimumi orasidagi masofa farqi **Stoks siljishi** deb ataladi. Stoks siljishi qancha katta bo'lsa, lyuminessent usuli bilan moddalarni aniqlash ishonchligi shuncha katta bo'ladi.

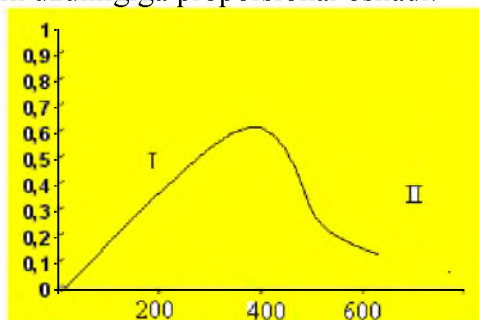
Nurlanish va yutilish spektrlari ko'p moddalar qatori uchun bir-biriga aks o'xshashdir (Levshin qoidasi).

Lekin, yutilish va nurlanish spektrlarining aks simmetriyasi murakkab molekulalarda ayon bo'lib, oddiy molekulalarda ko'rinmaydi. Lyuminessensiya uyg'otuvchi yorug'lik intensivligi va lyuminessensiyon nurlanish intensivligi orasida aloqa bor. Lyuminessensiyadagi uyg'otuvchi energiyani lyuminessensiya nurlanishiga o'tish qiymati V_e energetik chiqish bilan xarakterlanadi. V_e -qiymati E_l lyuminessensiya nurlanish energiyasining E_v yutilgan nurni uyg'onish energiyasi nisbatiga tengdir.

$$V_e = \frac{E_l}{E_v} \quad (1)$$

V_e modda uchun qancha katta bo'lsa, analitik uslubning sezgirligi shuncha katta bo'ladi.

S.I.Vavilov lyuminessensiyaning energetik chiqishini uyg'otuvchi yorug'likning to'liq uzunligiga bog'liqligini aniqlagan. Bu bog'lanish grafik ko'rinishga ega va quyidagicha ta'riflanadi: lyuminessensiyani spektrining qisqa to'liqlik qismida uyg'otilganda energetik chiqish kattaligi uyg'otuvchi yorug'likning to'liq uzunligiga proporsional oshadi.



Yorug'lik to'liq uzunligining ma'lum bir spektral oraliqda oshishida chiqish doimiy (bir xil I) bo'ladi, nurlanish va yutilish spektrlari ustma-ust tushgan oraliqda esa keskin (II) kamayadi. Energetik chiqishning to'liq uzunligiga proporsionalligini ko'rsatuvchi chiziq bo'lagini quyidagicha tenglama bilan ifodalash mumkin.

$$V_e = a\lambda_v \quad (2)$$

$$\text{SHu vaqtda } V_e = \frac{\lambda_v}{\lambda_l} \cdot V_k \quad (3)$$

V_k – lyuminessensiyaning kvant chiqishi

(3.2) va (3.3) tenglamalarni birlashtirib va lyuminessensiya lanuvchi moddani ma'lum to'liq uzunligi nurlanishini bilgan holda quyidagi tenglamani hosil qilamiz.

$$V_k = L \cdot \lambda_l = \text{const} \quad (4)$$

Demak, lyuminessensiyaning kvant chiqishi V_k lyuministensiyani uyg'otuvchi yorug'lik to'liq uzunligining ma'lum bir qiymatgacha oshguncha doimiy bo'ladi va lyuminessensiya spektri ushbu modda spektrining qanday bo'lagi bilan uyg'otilayotganiga bog'liq bo'lmaydi. Agar molekulalar uyg'otilishi katta kvant energiyasiga ega bo'lgan ultrabinafsha nurlanish orqali hosil bo'lsa, yutilgan kvant energiyasining ortiqcha qismi (nurlangan Kvant energiyasiga nisbatan) molekulalararo tebranishlarga, ya'ni issiqlik energiyasiga sarf bo'ladi.

Egri chiziq bo'lagi, lyuminessensiya energetik chiqishining keskin kamayishini ko'rsatadi. Lyuminessensiya chiqishini kamayishiga olib keluvchi jarayonlar **lyuminessensiyaning so'nishi** deyiladi. U quyidagi hollarda sodir bo'ladi:

Lyuminissensiyaning so'nishi

Turli omillar ta'sirida modda chiqaradigan shulaning intensivligi kamayadi. Bunday xodisaga lyuminissensiyaning so'nishi deyiladi. Eritmalar konsentratsiyalari oshganda lyuminissensiya oldin oshadi, muayyan qiymatdan so'ng to'g'ri chiziqli oshish kuzatiladi, katta konsentratsiyalarda esa u keskin kamayadi. Bunday hol lyuminissensiyaning konsentratsion so'nishi deyiladi. Lyuminissensiya so'nish ikki turga ajraladi: lyuminissensiya so'nishining birinchi turiga hatto molekulalar

qo'zg'atilmagan holatda bo'lganda ham uning ichki qayta guruxlanishi kiradi. Bunday **holda** lyuminissensiyaning so'nishi shulalanishining davomiyligi bilan bog'liq bo'lmasdan, u kiyoviy reaksiyalar natijasida shulalanuvchi moddaning shulalanmaydigan moddaga aylanishi bilan bog'liq. Bunda yutilish va lyuminissensiya spektrlarining o'zgarishini ko'riladi. Lyuminissensiyaning ikkinchi tur so'nishida yutilish va lyuminissensiya spektrlari o'zgarmaydi. Ikkinchi tur so'nish tashqi ta'sirlar oqibatida yangi modda hosil bo'lishi bilan yuzaga keladi. Ko'pchilik hollarda lyuminessensiya so'nishining sabablari ma'lum emas. Lyuminessensiyaning so'nishi konsentratsiyadan tashqari, harorat, rN va boshqalar ta'sir qilishi mumkin.

Konsentratsion so'nish

Lyuminessensiyaning energetik chiqishi lyuminessensiyalovchi moddaning kichik konsentratsiyalarida uning eritmadagi tarkibiga proporsionaldir va bu miqdoriy lyuminessent tahlil uchun ishlatilishi mumkin. Lekin lyuminessent modda konsentratsiyasi oshishi bilan nurlanish yorqinligi kuchaymay aksincha susayadi. Moddaning ma'lum bir konsentratsiyasida lyuminessensiyaning to'liq o'chishi kuzatiladi. SHunday qilib, turli lyuminessent moddalar uchun konsentratsion to'siq mavjud bo'lib, bu to'siqdan Yuqorida nurlanish kuzatilmaydi. Ko'pchilik lyuminessent moddalar uchun konsentratsion to'siq $1 \cdot 10^{-4}$. $1 \cdot 10^{-3}$ mol konsentratsiyalar oraliqida bo'ladi.

Konsentratsiya oshishi bilan zarrachalar orasidagi o'zaro ta'sir ham osha boradi. Buning natijasida nurlanish uyg'ongan molekular ortiqcha energiyalarini boshqa molekularga uzatadi. Molekulalarning energetik qavatlari o'zgaradi, bu qavatlar orasida nurlanishsiz o'tishlarga sabab bo'ladi. Konsentratsion so'nish teskari xususiyatga ham egadir: eritmalar suyultirilganda nurlanishni qaytadan kuzatish mumkin.

Harorat ta'sirida so'nish. Haroratning oshishi organik molekular va kristallofosforlarda kuzatiladigan lyuminessensiyaning intensivligini kamaytiradi, chunki harorat oshishi bilan erituvchining qovushqoqligi kamayadi, molekularlarning tebranish energiyasi ortadi, molekular orasidagi bog'lanishlar susayadi va molekula normal nurlanmagan holatga o'tishi mumkin.

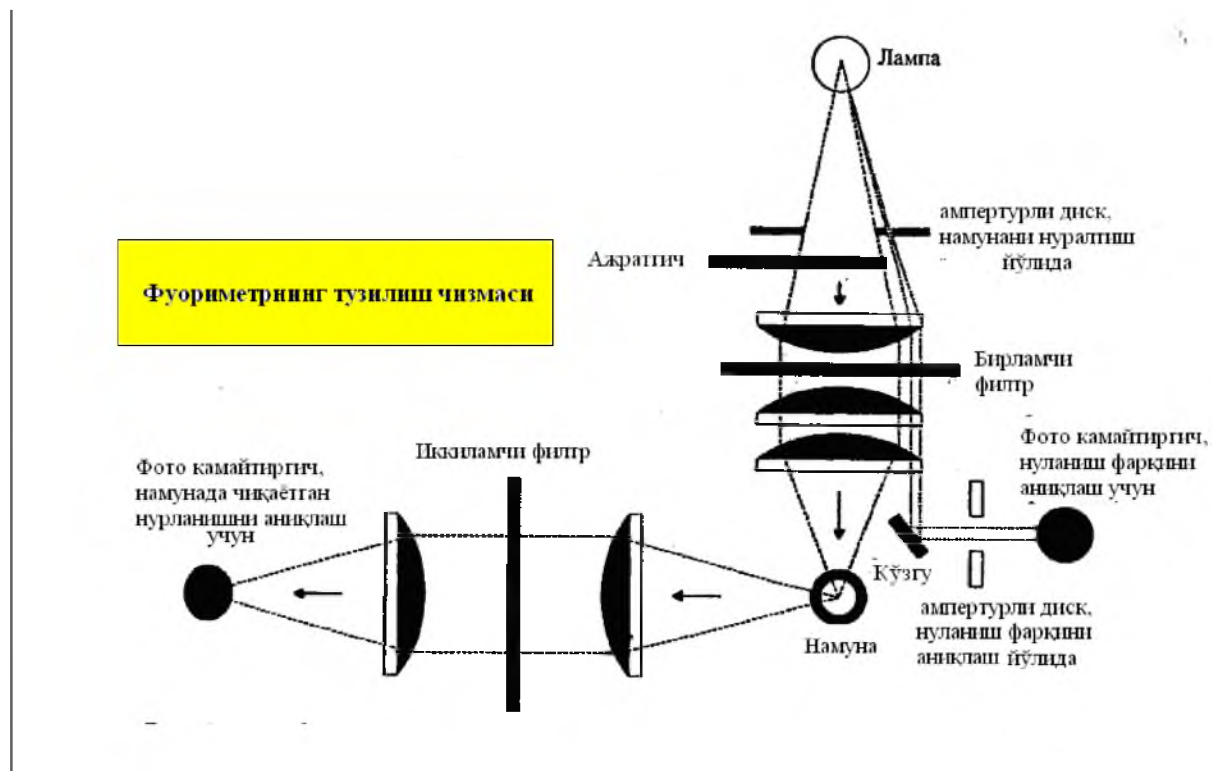
Ba'zi bir organik moddalar past haroratdagi eritmalarda lyuminessensiyalanmay, muzlash harorati atrofida lyuminessensiyalanadi. Harorat o'zgarganida uyg'ongan kristallofosforning nurlanishi, elektronlarning kristall panjara orasidan o'tishlari sababli, bir necha maksimumga ega bo'ladi.

Lyuminessensiyaning qo'shimchalar ta'sirida so'nishi. Lyuminessensiyalanuvchi eritmalarga ba'zi bir moddalarni qo'shilishi natijasida lyuminessensiyaning so'nishi kuzatiladi. Bunday moddalarni lyuminessensiyaning so'ndiruvchilar deyiladi. Bunday moddalarda lyuminessensiyaning so'ndirilish, ya'ni mahsulotlar hosil bo'lishi va so'ndiruvchining uyg'ongan molekulasining energiyasi uzatilishi hisobiga hosil bo'ladi. So'nish ko'p jihatdan erituvchiga bog'liq. Lyuminessensiyalanuvchi birikmalar uchun elementar yod, temir, mis, kumush ionlari aktiv so'ndiruvchi bo'ladi. Kislorodning so'ndiruvchilik xususiyati aromatik birikmalarga nisbatan kuchli namoyon bo'ladi. Azot oksidini ham so'ndirish kuchi jihatidan kislorod bilan tenglashtirish mumkin. Azot, argon va ba'zi bir boshqa inert gazlar lyuminessensiyaga ta'sir ko'rsatmaydi, balki energiyani issiqlikka o'tishini oldini oladi.

FLUORIMETRLAR VA ULARNING TUZILISHI

Analizator FLYUORAT-02-3M





Sifat lyuminessent tahlili

Neorganik va organik moddalarni aniqlash uchun sifat tahlilida xususiy lyuminessensiyalanish ishlatiladi. Ultrabinafsha yorug'likda erigan holatda, neorganik birikmalardagi Fe, Sn, Sb, Rb, Vi, Zn va boshqa og'ir metallar tuzlari lyuminessensiyalanadi. Seriy guruxiga kiruvchi lantanoidlar 3 razryadli samariy, evropiy, gadolinii, terbiy va diproziy ionlari yorqin lyuminessensiyalanadi.

Organik molekularlar ham xususiy lyuminessensiyaga ega. Masalan: vazelin moyi - och binafsha rang, parafin och moviy, kanifol och ko'k, qarag'ay mumi sariq tovlanuvchi to'q yashil, mineral moy och ko'k, tozalangan asfalt to'q yashil yoki jigar rang nur taratadi.

Ko'pgina vitaminlar, parafinlar, adrenalin va bir qator kanserogen moddalar xususiy lyuminessensiyalanish xususiyatiga egadir.

Sifat tahlilida reagentning aniqlanuvchi modda ta'sirida lyuminessensiya rangini o'zgartirishi yoki lyuminessensiyani so'ndirishda foydalanish mumkin. Ko'plab suvli eritmalarida lyuminessensiyalanmaydigan kationlar organik reagent molekulasini bilan birikma hosil qilganida lyuminessensiya nurlanishi yoki lyuminessensiyani rangi o'zgarishi kuzatiladi. Natriy ioni sinkuranilatsetat bilan yashil sariq lyuminessensiya beradi. Berilliy Morin bilan yorqin yashil rangli lyuminessensiya hosil qiladi. Ko'p kationlar 8-oksixinolin bilan o'ziga yarasha lyuminessensiyaga ega-birikma hosil qiladi.

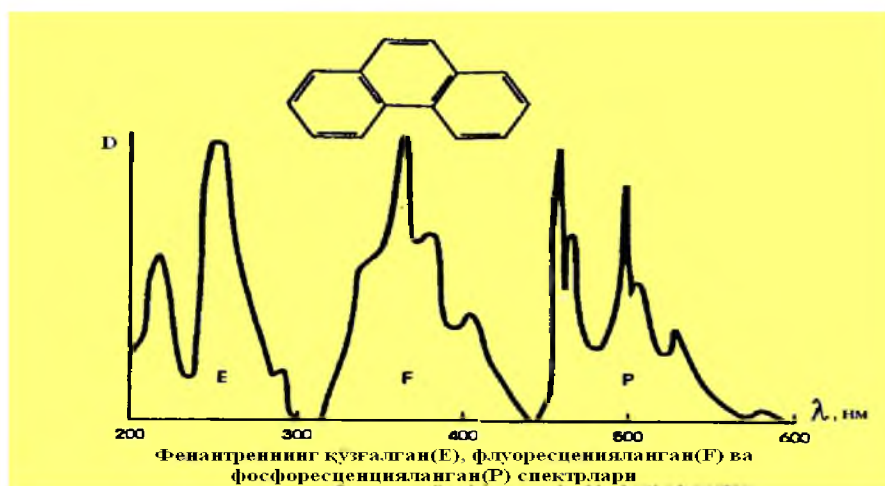
Ko'pgina moddalar kristal holatda lyuminessensiyalanishga ega emas. Ularga boshqa element atomlarini (aktivatorlar) qo'shib kirgizilganda o'ziga xos lyuminessensiya hosil bo'ladi.

Bunday moddalar kristallofosforlar deb ataladi. Kristallofosfor lyuminessensiyasi intensivligi orqali izlanuvchi kationni aniqlash usuli ishlab chiqilgan. Ko'pchilik elementlar kalsiy oksidi asosidagi xarakterli lyuminessensiyaga ega bo'lgan kristallofosforlar hosil qiladi.

Ko'pgina hollarda, moddalarni aniqlashda lyuminessensiyani oddiy kuzatish bilan cheklanish mumkin. Bir necha lyuminessensiyalovchi moddalar aralashmasi bo'lganda sifat tahlili murakkablashadi. Bu holda svetofiltrlar ishlatiladi yoki xromatografik ajratiladi.

CaO asosidagi kristallofosforlar lyuminessensiyalanish xarakteristikasi

Aktivator	Lyuminessensiya rangi	Aniqlanuvchi minimum	Suyultirish chegarasi
Bi ⁺³	Ko'k binafsha	2	1:1x10 ⁻⁵
Pb ⁺²	Och havo rangdan to binafshagacha	1	1:1x10 ⁻⁵
Tl ⁺	Sariq yashil	2	1:1x10 ⁻⁵
Se ⁺²	Qizil	4	1:1x10 ⁻⁵
Te ⁺²	Qizil	4	1:1x10 ⁻⁵



Miqdoriy lyuminessent tahlil

Miqdoriy aniqlashlarda lyuminessensiya intensivligini aniqlanuvchi modda konsentratsiyasiga bog'liqligidan foydalaniladi. Miqdoriy tahlilning asosiy sharti yutilgan energiyani etarli darajada to'liq lyuminessent nurlanishga o'tishidir. Flurimetrik o'lchashlar vizual, hamda mahsus asbob – flurimetrlar yordamida amalga oshiriladi.

Mikro qo'shilmalarni fluorimetrik usul bilan aniqlash.

Usul moddani tahlilga tayyorlash va nurlanish intensivligini baholashdan iboratdir. Usul yuqori sezgirlikka ega bo'lganligi sababli kimyoviy yoki maxsus toza reagentlar qo'llanilishi lozim. Ko'p hollarda reagentlar qayta kristallanish, xaydash, ekstraksiya, xromatografiya usullari bilan qo'shimcha tozalanadi. Toza moddalarni polietilen yoki kvarts idishlarda saqlash tavsiya etiladi. Foydalaniladigan suvning sifatiga alohida e'tibor berilishi kerak. Ko'p hollarda ultrabinafsha yorug'likda uyg'otilgan lyuminession nurlanish intensivligi va rangini vizual taqqoslash lyuminessent tahlili uchun etarlidir.

Tahlil qilinayotgan eritma nurlanish intensivligi bilan standart eritmalar intensivligi taqqoslanadi. Buning uchun o'rganilayotgan modda eritmasi va bir necha standart, tarkibi aniq eritmalar tayyorlanadi.

Barcha eritmalar mos keluvchi reagentlar qo'shiladi va lyuminessent birikma hosil bo'lishi lozim bo'lgan vaqt o'tgandan so'ng, tekshirilayotgan eritmaning lyuminessensiya intensivligini etalon eritmaniki bilan solishtiriladi. SHunday qilib olingan qism tekshiriluvchi eritmadan yot modda miqdori aniqlanadi. YOt modda miqdori X foizlarda quyidagi formula bilan hisoblanadi.

$$X = \frac{S \cdot V_1 \cdot 100}{m \cdot V_2} \quad (5)$$

Bunda S - yot modda konsentratsiyasi, m - tekshiriluvchi modda massasi, V_1 - eritma hajmi (tekshiriluvchi modda eritilgan), V_2 - olingan alikvot qism eritma hajmi.

Fluorimetr yordamida nurlanish intensivligini o'lchashda graduirlangan grafik yoki qo'shimcha qo'shish usulidan foydalaniladi. Agar tekshirilayotgan eritmada yot moddalar yoki yuqori konsentratsiyadagi tuzlar orqali lyuminessensiyani o'chishi sodir bo'lmasa, graduirlangan grafik ishlatiladi. Grafikni tuzish uchun yot moddaning aniq konsentratsiyali qator standart eritmalarining lyuminessensiya intensivligi o'lchanadi. Graduirlangan grafikni tuzishdagi moslama sezgirligi lyuminessensiyalanuvchi etalon eritmalar yoki oynalar orqali belgilanadi. Agar tekshiriluvchi eritmada lyuminessensiyani qisman o'chiruvchi yot moddalar bo'lsa, qo'shimcha qo'shish usulidan foydalaniladi. Tekshiriluvchi eritma teng ikki qismga bo'linadi. Ulardan biriga tekshiriluvchi komponentning ma'lum miqdoriga lyuminessensiyalanuvchi kompleks hosil bo'lishi uchun etarli reagent qo'shiladi. SHu bilan barobar, tekshiriluvchi komponentsiz nazorat tajribasi qolgan hamma reagentlari bilan o'tkaziladi. Tekshiriluvchi komponent miqdorini foizlarda quyidagi formula yordamida hisoblanadi.

$$X = \frac{\Delta S (J_x \cdot J_0) V_1 \cdot 100}{m \cdot (J_{\Delta S} - J_x) V_2} \quad (.6)$$

Bunda

J_x -tekshiriluvchi eritma lyuminessensiyasining nisbiy intensivligi

$J_{\Delta S}$ - qo'shimchali tekshiriluvchi eritma lyuminessensiyasi ning nisbiy intensivligi,

J_0 - nazorat uchun olingan tajriba lyuminessensiyasining nisbiy intensivligi,

ΔS - qo'shimcha massasi,

V_1 -tekshiriluvchi modda eritilgan eritma hajmi,

V_2 -tahlil uchun olingan alikvot qism eritma hajmi

m -tekshiriluvchi modda massasi.

Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlarni qo'llab titrlash

Lyuminessensiyalanuvchi indikaitorlarning oddiy indikatorlardan farqi shundaki, ular xira va rangli eritmalar tahlilida ishlatilsa nur ta'siridan va rN-muhit o'zgarishi asosida rangi aniqlanadi. Bunda oddiy indikator o'tish rangi sezilmasa ham, lyuminessensiyalanuvchi indikatorning nurlanishi esa yaqqol ko'zga tashlanadi. Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlar neytrallanish, kompleks hosil qilish, oksidlanish -qaytarilish reaksiyalarida ham ishlatilishi mumkin.

Lyuminessensiyalanuvchi indikatorlar

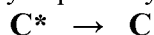
Indikator	rN-o'tishi	Rangi
Salitsil kislota	3,0-3.5	Rangsiz to'q ko'k
Fluorissent	3,8-6,1	Rangsiz yashil
Dixlofluoescent	4.0-6,0	Rangsiz yashil
Akridin	4,8-5.0	YAshil och pushti
Xromatrop kislota	6,0-7.0	Rangsiz ko'k
Magniy 8-oksixinolin	7.0-7,2	Rangsiz tilli sariq
Kumar kislota	7,2-9.0	Rangsiz yashil
Akridin zarg'aldoq	8,4-10,4	Rangsiz sarg'ish yashil

Xemilyuminessensiya. Kimyoviy reaksiya energiyasi natijasida molekula va atomlarning shulanish xodisasiga **xemilyuminessensiya** deyiladi. Ko'pgina ekzotermik reaksiyalarda issiqlik energiyasi bilan bir qatorda yorug'lik energiyasi ham ajraladi. Bu xodisaga xemilyuminessent aniqlashning

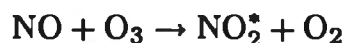
negiziga qo'yilgan. Ajraladigan energiya 170k J/mol dan bo'lganda xemilyuminessensiya kuzatiladi. Xemilyuminessent reaksiyani sxematik tarzda quyidagicha tasvirlash mumkin.



Ushbu reaksiya bilan bir vaqtda nurlanishsiz yo'qolishi ya'ni bo'lishi ham mumkin



Havo tarkibidagi NO ni aniqlashda O₃ dan foydalaniladi.



Xemilyuminessensiyaning intensivligi xemilyuminessent reaksiyaning tezligiga (V) bog'liq:

$$J = \eta \cdot V \text{ yoki } \frac{d\varepsilon(h\nu)}{dr} = 6,02 \cdot 10^{23} \eta \frac{dc}{dr}$$

Bu tenglamada mutonosiblik koeffitsenti η xemilyuminessensiyaning kvant unumini tashkil etadi: $\eta = N_I / N_o$

N_o – shu'lanuvchining umumiy molekular soni,

η - mutonosiblik koeffitsenti ayrim biokimyoviy reaksiyalar uchun 1 ga yaqinlashadi, ko'pchilik boshqa hollarda u bir necha o'n foizdan oshmaydi.

Xemilyumitsent reaksiyalarning mexanizmi juda murakkab, ularda komplekslanish, katalik va radial reatsiyalarning ahamiyati katta. Xemilyuminessent reaksiyalardan oksidlanish-qaytarilish, komplekslanish reaksiyalari va qo'zg'otilgan molekularni o'rganishda foydalaniladi. Bu usul 10^{-10} – 10^{-4} g/ml miqdordagi moddalarni 5 ml eritmadan aniqlash imkonini beradi.

Kimyoviy lyuminessent tahlil- fluorimetriya usuli aniqlanuvchi modda uchun etarli darajada sezgir va tanlovchi fotometrik usullar bo'lganda qo'llaniladi. Metall ionlari ularning suvli eritmalaridagi fluoressensiyalovchi komplekslar orqali yoki organik erituvchilar bilan ekstraksiya qilingandan keyin hamda kristallofosforlar nurlanishi intensivligi yordamida aniqlanadi.

Lyuminessent usulining sezgirlik chegarasi fotometrik tahlilga nisbatan pastroqdir. Aniqlanish chegarasi 10^{-5} - 10^{-8} g/ml. *Masalan*: berilliyning Morin bilan fluoressensiyalovchi birikmasi hattoki 2×10^{-9} g/ml, berilliy va $1 \cdot 10^{-11}$ g uranni eritilgan tuzlarda aniqlash imkoniyatini beradi.

Yorug'lik rangi muxitga, ya'ni erituvchiga bog'liq bo'lgan ko'plab organik lyuminessensiyalovchi indikatorlar ma'lum.

Lyuminessent xromatografiya

Lyuminessent xromatografiya xromatografik va lyuminessent usullarining o'zaro birga qo'llanilishiga asoslangan. Bunda bitta xromatogrammada tekshiriluvchi aralashmadagi qator komponentlarni bir universal reagent qo'llab aniqlash mumkin bo'ladi. Ko'p moddalar toza **holda** lyuminessensiyalanmasa ham adsorbsiyalangan holatda xromatografik holatda lyuminessensiyalanishi mumkin. *Masalan*: sellyuloza qog'ozida aminokislotalar lyuminissensiyalanish xususiyatiga ega.

13-MA'RUZA. YADRO MAGNIT REZONANSI (YAMR) NAZARIY ASOSLARI VA USULNI DORI MODDALAR TAHLILIDA QO'LLANILISHI.

Ma'ruza rejasi:

1. Yadrolarning magnit xossalari va yadro rezonansi asoslari.
2. Signallar xolatlari, kimyoviy siljish
3. Signallar soni
4. Signallar intensivligi .
5. Spin-spin birligi va signallarni so'nishi.
6. YAMR spektirlari interpretatsiyasi.

Tayanch so'z va iboralar: *YAMR rezonans*, Radiospektroskopiya, .

Ilmiy tekshirish amaliyotida moddalar tuzilishini va tekshiriluvchi namuna tozaligini aniqlashda zamonaviy spektroskopik usullar keng qo'llaniladi. Bunday yangi usullarga yadro- magnit rezonans spektroskopiyasini ham kiritish mumkin.

Dori moddalarini hamda organik birikmalarning tozaligi va tuzilishini o'rganishda provizor mutaxassisligini egallagan shaxs spektroskopik usullar va spektrlar tahlilidan boshlang'ich ma'lumotlarga ega bo'lishni talab qilinadi.

Yadro magnit rezonansi – spektroskopik tahlilni qo'llanilishi.

Spektroskopik usulda elektromagnit to'lqinlarni qo'llanish sharoitlariga ko'ra ikki katta bo'limdan iborat:

1. Optik spektroskopiya – ultra binafsha (UB), ko'rinadigan rangli va infraqizil (IK) nurlanishni aniqlashga asoslangan.

2. Radiospektroskopiya – moddalarni radio to'lqinlar qabul qilishiga asoslangan usul.

Radiospektroskopiya usul ikki turdan iborat yadro magnit rezonansi (YAMR) va elektron paramagnit rezonansi (EPR).

Elektromagnit to'lqini spektrlari.

Zamonaviy ma'lumotlarga asosan, nur korpuskulyar (kvant) hamda to'lqinli xarakterga ega. To'lqin uzunliklari (λ), balandligi esa (amplituda) (A), hamda tarqalish tezliklari (S) bilan xarakterlanadi.

Belgilangan nuqtadan 1 sekunda vaqt ichida o'tadigan to'lqin soni (chastota) ν deb nomlanadi. Sekunddagi bir tebranish gers (chastota birligi) bilan belgilanadi.

YAMR spektrlarini qo'zg'atuvchi manba sifatida to'lqin uzunligi 5m bo'lgan radioto'lqinlar qo'llanildi.

$$\nu = \frac{S}{\lambda} = \frac{3000000 \text{ m/s}}{5 \text{ m}} = 600000000 \text{ S}^{-1} (\text{gs})$$

yoki 600000000 gers – 60 mega gers (mgs).

Elektromagnit tulkinging xar bir kismi ma'lum energiya bilan xarakterlanadi va Plank tenglamasi bilan quyidagicha ifodalanadi.

$$E = h\nu$$

E – elektromagnit nurlanish energiyasi

h- Plank doimiyligi $6.625 \cdot 10^{-34}$ djgs

ν - to'lqin soni (chastota)

Moddalarni elektromagnit to'lqinlari energiyasi bilan nurlan tirilganda yutilgan energiya quyidagi o'zgarishlarga sarflanadi:

- yadro energetik xolatini o'zgartiradi.
- yaqin oltita qatlamdagi elektronlarga uriladi.
- valent elektronlarni qo'zg'otadi.
- molekula atomlari tebranma xarakat chastotasini o'zgartiradi (IK – spektrlar) .
- yadro va elektronlar spinlarini o'zgartiradi.

Shunday qilib YAMR spektroskopiyasi yutilgan radioto'lqin va yadromagnit xolatini o'zgartirishga sarflangan energiyalarni o'lchashga asoslangan.

Magnit rezonanslari xarakterlari

Har qanday elementar zarrachani uz uki atrofida aylanayotgan xususiy magnitlanish qobiliyati elementar magnit ya'ni spinlar kvant spin soni (J) sifatida ko'riladi.

Juft protonlardan va juft massa qiymatli yadrolar uchun kvant spin soni nolga teng. (Masalan, ${}^6\text{S}^{12}$, ${}^{16}\text{O}$ kabi). Demak bunday yadrolar magnit xususiyatiga ega bo'lmaydi (bunday yadro spinlari o'zaro ediriladi).

Tok massa qiymatli va tok protonli yadrolar uchun (masalan, kabi) bo'ladi, kvant spin sonlari kasrli qiymatga ega bo'ladi.

H^+ , F^{19} , S^{32} , R^{31} lar uchun $J = \frac{1}{2}$ qiymatga teng.

B^{11} , Cl^{35} uchun $J = \frac{3}{2}$ ga teng.

Kvant spin soni 0 dan farq qiluvchi yadrolar magnitli xususiyatga ega va ularni YAMR spektroskopiyasi yordamida sezish mumkin.

Bunday yadrolarga tashqi magnit maydoni ta'sir ettirilsa unda magnit dipoli, ya'ni kvant sistemasi yuzaga keladi. Har qanday $2J + 1$ yo'nalishli magnitli yadro tashqi magnit maydonini qabul qiladi.

$$J = \frac{1}{2}, \quad 2 \cdot \frac{1}{2} + 1 = 2$$

turkumli protonlar faqat ikki yo'nalishli spin bir taraflama va qarama – qarshi yo'nalishli magnit maydoni ta'sirida bo'lishi mumkin.

Tashqi magnit maydoni (N_0) yadro magniti bilan bir xil (paralel) yunalishda bo'lsa

($J = +\frac{1}{2}$) kuchlanish ortadi qarama – qarshi yo'nalishda bo'lsa,

($J = -\frac{1}{2}$) kuchlanish (kam qiymatga ega bo'lsa, ham) kamayadi.

Natijada yadro energetik pogonalari magnit maydoni ta'sirida ikki pog'onaga taqsimlanadi.

Magnit maydonida yadro energiyasining ikki pog'ona oralig'idagi Bolsman taqsimlanishi sodir bo'ladi. Past pog'ona kam energiyaga ega bo'ladi va yadro bilan ko'proq darajada kirishadi. Bunga monand bir yo'nalishli maydon ta'siridan

$$(J = +\frac{1}{2})$$

hamma vaqt qarama– qarshi yo'nalishli maydon ta'siriga nisbatan

$$(J = -\frac{1}{2})$$

ko'p bo'ladi. Ammo taqsimlanish farqi ΔE qiymati kichkina bo'ladi.

Uy xaroratida pog'onalarni joylanishi 0.00001 ga farq qiladi. Masalan: agar yuqori pog'ona 1000000 yadro saqlasa pastki pog'onada 1000010 dona yadro joylashadi. Ya'ni pastki pog'onada joylashgan yadrolar soni millionning undan biriga teng bo'ldi. Agar ana shunday yadrolar normal sistemasiga elektromagnit to'lqin ta'sir ettirilsa bunday ta'sir energiyasi orasidagi farq hisobiga yadroda rezonans hosil bo'ladi ya'ni yadro qo'zg'atuvchi energiyani qabul qilib yuqori pog'onaga siljiydi. Boshqacha aytganda N_0 magnit yo'nalishi yadro spinlari tartibida o'zgarish sodir bo'ladi.

$$(J = +\frac{1}{2})$$

Rezonans xolati ya'ni yadrolar siljishi (yoki yadro spinlarini o'zgarishi) ikkala pog'onani yadrolar bilan qoplanishi tenglashguncha davom etadi. Qo'zg'atuvchi elektromagnit maydoni ta'siri to'xtatilsa, avvalgi dinamik tenglik qaytadi.

Yadro rezonansi hosil qilish uchun kam qiymatli ta'sirlanuvchi davom etadi. Qo'zg'atuvchi elektromagnit maydoni ta'siri to'xtatilsa, avvalgi dinamik tenglik qaytadi.

Yadro rezonansi hosil qilish uchun kam qiymatli ta'sirlanuvchi energiya etarli hisoblanadi.

Spinlar xolatini taksimlanishi kattaligi ΔE ta'sir etuvchi magnit maydoni quvvatiga to'g'ri proporsional.

Bunda h - Plank doimiy kattaligi

ν - gidro magnit nisbati (doimiy kattalik)

N_0 - tashqi magnit maydoni quvvati.

$E = h\nu$ ekanligini hisobga olsak

Tenglama (4) yadro magnit rezonansini asosiy tenglamasi sifatida qabul qilinadi. YAdro magnit rezonansini aniqlash uchun 5mm diametirli shisha prabilkaga (yoki ampula) tekshiriluvchi moddaning 5-10% eritmasi solib magnit maydoniga tushuriladi.

Ampula atrofidagi g'altak quyi chastotali generator radio to'lqinlaridan oziqlanadi. Radio to'lqinlarini qo'zg'atuvchi energiyasi taqsimlanish energiyasi ΔE to'g'ri kelganda g'altakni qo'zg'atuvchi tok yadrolar sistemasining energiya yutishi hisobiga kamayadi. Yutilgan energiya soni rezonanslangan yadrolar soniga proporsionaldir generatorning qo'zg'atuvchi radio to'lqinlarni yutilgan energiyasi generator chastotalarining keyingi o'zgarishi bilan to'xtaydi. Energiyaning yutilishini, ya'ni qo'zg'atuvchi g'altakdagi tokning o'zgarishini avtomatik (yozib oluvchi qurilma) yordamida qabul qilinadi. SHunday qilib, yadro magnit rezonansini spektrometrida organik yoki anorganik molekulalar protonlari signali yoziladi.

YAMR spektri 4 ta parametri bilan xarakterlanadi.

1. Absiss o'qida signal (pik) xolati.
2. signal soni.
3. signallar intensivligi.
4. signallarining taqsimlanishi.

Signallar xolati. Kimyoviy siljish. P.M.R.

tenglamasiga asosan har qanday praton rezonansi qo'zg'atuvchi generatorning bitta chastotasida kuzatilishi kerak. Lekin, turli molekula yoki bir molekuladagi turli funksional gruppalar protonlari (vadarot atomi yadrolari), qoidaga ko'ra qo'zg'atuvchi generatorning turli chastotalarida rezonanslanadi.

Bu esa vodorod atomi elektron bulutining turli darajada (tortilishi) dezakranlanishiga olib keladi. Vodorod atomi yadrosini elektron bulutlar bilan ekranlanish darajasi, vodorod atomi bilan bog'langan funksional gruppaga yoki qo'shni atomlarining elektromanfiyligiga bog'liqdir.

Vodorod atomi bilan bog'langan ko'prok elektromanfiylikka ega bo'lgan gruppaga yoki atom, vodorod atomining elektron bulutlarini yuqori darajada tortadigan yadro magnit maydonning tashqi ta'siridan himoya qiladi. Shunga asosan bunday proton rezonansi oson sodir bo'ladi ya'ni qo'zg'atuvchi maydon kuchlanishining kichik qiymatlarida bo'ladi. YAdroning elektron bilan ekranlanishining mohiyati shundaki, bunda yadro atrofiga aylanuvchi elektron tashqi magnit maydoni (N_0) ga qarshi yo'nalgan lokal magnit maydoni (N_1) hosil qiladi (Lens koidasi).

E – elektron, Yadro $N_0 \gg N_1$

Bunday ekranlanish natijasida yadroga ta'sir etuvchi magnit maydon kuchlanishi (N_0) - N_1 qiymatiga kamayadi.

Shunday qilib , yadroga ta'sir etuvchi magnit maydon kuchlanishining effektiv qiymati quyidagi tenglama bilan ifodalanadi.

$$H_{\text{eff}} = H_0 - \delta H_0 = (1 - \delta) H_0$$

bunda H_0 -qarama –qarshi bo'lgan elektron bulutlari bilan o'ralgan yadroda lokallashtirilgan magnit maydoni. Bu maydon yo'naltirilgan maydonga qarama – qarshi yo'nalgan.

δ - ekranlanish konstantasi. Quyuq elektron korigi protonlarni elektron rezonansi konstantasi asosan yuqori bo'lgan qo'zg'atuvchi generatorda namoyon bo'ladi.

Vodorod atomi bilan bog'langan elektroakseptorlari gruppalar (Masalan, -Fe, -Sl, - NO, - CN, - SOOR)MPR signalini kuchsiz maydonga siljitadi, elektron, donorli gruppalar (-R N, - S N) signalni kuchli maydonga siljitadi.

Tekshiriluvchi moda protoning signal xolati etalon moddaning signaliga nisbatan aniqlanadi va bu ikkala signal orasidagi masofa kimyoviy siljish deb ataladi.

Tekshiriluvchi eritmaga qo'shilgan etalon moda protonlarining signali tor, intensiv bo'lishi kerak va tekshiriluvchi modda signali orasidagi masofa katta bo'lishi kerak. Etalon moda signalining xolati 0 bilan belgilanadi va tekshiriluvchi modda signal xolati gersda o'lchanadi va o'lchash 0 dan boshlanadi.

Ekranlanish konstantasini aniqlaydigan lokal magnit maydoni kuchlanishi ko'rsatkichi N_1 tashqi maydon N_0 kuchlanishiga to'g'ri proporsional. SHuning uchun ekranlanish konstanta ko'rsatkichini aniqlaydigan elektromagnit maydoni chastotasining ortishi tashqi maydon (N_0) kuchlanishiga to'g'ri proporsionaldir. SHuning uchun spektrometrning elektromagnit maydon chastotasi ortishi bilan etalon va standart signallar orasidagi masofa ham ortadi.

Kimyoviy siljish signali (δ delta) bilan ifodalanadi va quyidagi formula bilan aniqlanadi:

YAMR signali xolatini ifodalash uchun absissa o'qiga etalon va moda signallari orasidagi masofa birligini spektrometrning ishchi chastotasiga bo'lish kerak.

Kimyoviy siljish shkalasini ifodalashning 2 xil usuli mavjud :

1. δ – shkala-delta- bunga asosan (TMS tetrametilsilan) etaloning signal xolatini 0 deb olinadi va kimyoviy siljish ko'r satkichi etalon signalidan chapga tomon ortadi.
2. τ – shkala –tau-etalon signali xolati – TMS ni 100 mil/ ulush deb qabul qilinadi va kimyoviy siljish ko'rsatkichi etalon signalidan chapga tomon kamayadi.

Kimyoviy siljishning 2 – nchi usuli o'rtasida o'zaro bog'liqlik Ushbu formula bilan ifodalanadi.

Etil spirtining quyi intervalda 500 dan 0 gersgacha oralig'ida yozilgan YAMR spektri quyidagicha bo'ladi:

Etil spirtining metil gruppasi protonlari magnit ekvivalentli, chunki ekranlanish konstantasi bir xildir. Bu protonlarning ekranlanish darajasi metil va gidroksil gruppalari protonlaridan kata, shuning uchun ularning signallari kuchli maydonlarda standart signalar yonida hosil bo'ladi.

Metilen gruppasi protonlarning elektron bulutlari gidroksil gruppasiga dezekranlanish ta'sirini o'tkazadi, shuning uchun ularning signallari kuchsiz maydonlarda xosil bo'ladi (ya'ni metil gruppasi signalidan chaproqda). Kislorodning elektromanfiy atomi bilan bevosita bog'langan gidroksil gruppa protoni ko'proq dezekranlangan, shunga ko'ra gidroksil protoni signali o'ta kuchsizroq maydonda joylashgan.

Protonlarning kimyoviy silqishi ularni atrofiga qarab xar xil bo'ladi. Signal xolati yaqin joylashgan gruppaningtabiatiga bog'liq bo'lganligi uchun protonning kimyoviy siljish ko'rsatkichi protonni o'rab turgan atom va funksional gruppalar haqida ma'lumot beradi.

Ko'pgina organik birikmalarning spektrlari atlas bor, bu atlas asosida funksional gruppalarining kimyoviy signal ko'rsatkichlari jadvali tuzilgan va u yangi organik birikmalarning YAMR spektrini solishtirishda foydalaniladi.

Turli protonlarning kimyoviy siljish jadvali

Proton turlari	Kimyoviy siljish mil.ulush	Proton turlari	Kimyoviy siljish mil. ulush
Siklopropan	0,2	Xloridlar NS-SL	3.0-4.0
Birlamchi-SN ₃	0,9	Bromidlar HC-Br	2.5-4.0
Metoksil – O-SN ₃	2,8-3,5	Yodidlar HC-J	2.0-4.0
Ikkilamchi – SN ₂	1,3	Spirtlar HC-OH	3.4-4.0
Uchlamchi – SN	1,5	Oddiy efir /HC-O-P	2.0-2.2
Vanil – X=SN	4,6-5,9	Murakkab efir	9-10
Atsitelen-S=S- N	2,0-3,0	Aldegidlar –CHO	5-15

Aromatik – Ag-N	6,0-8,5	Gidroksil –OH	4.0-12.0
Benzil Ag-S-N	2,0-2,3	Fenollar Ar-OH	15-17
Karbonil SN ₃ S=O	2,1-2,6	Snollar C=C-OH	10.5-12
Allin-S=S-SN	1,7	Karboksil R-COOH	1.0-5.0
Ftoridlar N-S-F	4,0-4,5	Alin R-NCH ₂	

Ko'pgina funksional gruppalar protonlarning kimyoviy siljish intervali 1 – 2 mil ulush tashkil etganda, aminogruppa va spirtlar gruppasining proton signallari 5 -10 mil ulush diapazonida kuzatiladi. YAMR spektrining bu xususiyatini tushunish uchun YAMR signalini xolatini aniklovchi 2 xil faktorlar Bilan tanishish kerak.

Paramagnit toklar. Kimyoviy almashish.

A). Paramagnit tok.

Paramagnit tok elektronlarni tuyinmagan bog'lari Bilan tashkaridan kuyilgan magnit maydoni atrofidagi kuchlanish chiziklarining aylanishi natijasida xosil buladi. Bu tok protonga yaqin bulgan lokal magnit maydonini va ularni geometrik joylashishini ikkilamchi bogga nisbatan uzgartiradi. Ikkilamchi bogi bulgan ba'zi bir molekulalar paramagnit toki kuchlanish chiziklarining yunalishi kuyidagi rasmda berilgan.

Benzol va aldegid gruppalari yuzasida joylashgan protonlar tashki magnit maydonga parallel yunalgan paramagnit yunalgan paramagnit toklar oblastiga tushadi.

SHuning uchun bu protonlar kuchsiz maydonda rezonanslanadi. Konusda (-) joylashgan proton signallari siljishini paramagnit ekranlashi deyiladi, (+) ishorali konus oblastida paramagnit tok berilgan maydonda N₀ karama-karshi yunalgan, shuning uchun kushni molekula protonlari joylashgan maydonlarda kuchlirok rezonanslashadi. Protonlarning shunday ekranlanishi diamagnit ekranlanish deyiladi.

Atsetilen protoni diamagnit ekranlanish (+) ishorali konusdagi atsetilen molekulasida joylashgan. SHuning uchun uning signali kuchli maydonlarda kuzatiladi. (b) Kimyoviy almashinish (protonlar migratsiyasi) –NH, -OH, -SH gruppasidagi proton labildir, ya'ni xarakatchan bulib, geteropolyar kuchga nisbatan va –NH, -O-H, -SH, kimyoviy boglanishlari -S-N bogiga nisbatan barkarordir.

Shuning uchun bu gruppalar protonlari bir molekula ichida yoki kushni molepkula ichida doimo almashib turadi. Bunday almashinish protsessii kimyoviy almashinish yoki migratsiya deyiladi. –NH va OH gruppalari protonlarni migratsiyasini YAMR signali xolatiga ta'sirini kurib chikamiz.

Proton almashinishi yuk vaktida juda past xaroratda, –NH va OH gruppalariga xos aloxida 2 ta signal kuzatiladi. Xarorat kutarilishi Bilan ikkala signal yaqinlashadi va bitta umumiy signal xosil buladi.

Signallar soni

Bir xil stereo kimyoviy uralgan va bir chastotali signal xolidagi protonlar ekvivalent protonlar deyiladi. Xar xil stereo kimyoviy uralgan protonlar noekvivalent deyiladi. Etil spirti spektrida 3 ta signal bulib, ular 3 ta gruppalar protonlariga tegishlidir. Kuprok ekranlangan metil gruppalar protonlari uzaro ekvivalentdir, shuning uchun ular kuchli maydonlarda fakat 1 ta signal kursatadi.

Metilen gruppasining 2 protoni bir xil uralishiga ega, shuning uchun ular uzaro ekvivalentdir. Spirt molekulasidan metilen gruppasi protonlari kushni kislorod atomiga dezekranlangan ta'sir kursatgani uchun uzining signallari metil gruppasi signaliga nisbatan kuchsizrok maydonda joylashgan. Gidroksil gruppalar protonlari kuprok dezekranlangan vash u sababga kura uning signali kuchsiz maydonda joylashgan, ya'ni avvalgi 2 signaldan chaprokda.

Shunga asosan:

Atsetonning oltita ekvivalent protonlari uchun bita signal, etil xlorid uchun ikkita signal: a-uch protonli, v-ikki protonli va propil xlorid uchun (a,v,s) kuzatiladi.

Protonlar kimyoviy, magnit yoki stereo kimyoviy ekvivalent bulishi mumkin. Stereo kimyoviy ekvivalent protonlar magnit ekvivalent bulishi mumkin.

Stereo kimyoviy ekvivalent protonlar kushbog yoki uglerodning assimmetrik atomiga bir xil bushlikda joylashgan.

Stereo kimyoviy noekvivalentlikka xos izobutileng 2 ta signal, 2-brompropen -3 ta signal, xlorvinil – 3 ta va metilsiklopropan – 4 ta signal xosil kiladi.

Ammo metil guruxining protonlari magnit ekvivalentli xisoblanmaydi.

S-S atrofida tez konformatsion aylanish natijasida spektrometr izomerlar aylanishining urtacha sitgnalini yozib oladi va metil gurux protonlari signalini singanligi aniklanadi. Agar aylanish tezligi kichik bulsa, u xolda YAMR signalining spektr ekspozitsiyasida (10^{-3} sek) xar bir kolformaning ayrim signallari seziladi.

Signal intensivligi

YAMR signalining intensivligi signalni kursatuvchi protonlar soniga tugri proporsional. SHuning uchun molekula spektridagi signalning nisbiy intensivligini, signalni kursatuvchi funksional gruppasini protonlar soniga nisbati bilan ifodalash mumkin.

YAMR spektrometri maxsus kurilmalar bilan ta'minlanayotgan integrator spektrda xar bir signalni zinapayasimon gorizontalar chiziklar yordamida chizib beradi. Integratorning zinapoya balandligi chizigi mm da ulchanadi va signal yuzasiga tug'ri keladi.

12 mil ulushdagi signal – karboksil protoniga tugri keladi, 3,5 mil ulushdagi signal intensivligi jadvalga asosan galoid, gidroksil efir, karboksil gruppalariga tugri keladi. Bu signal karboksil gruppalariga tugri keladi. Bu signal karboksil gruppalariga tugri keladi. Bu signal karboksil gruppalariga tugri keladi.

Spin – spinli ta'sir va signallarini ajralishi.

Radiochastotali tulkinlarning rezonans yutilishi magnit maydoni kuchlanishning uzgarishida atigi million ulushga tugri keladi. SHuning uchun magnit maydon kuchlanishining yukori uzgarmasligi talab kilinadi.

Yuqori aniklikda ulchangan etil spirtini spektrida metilen va metil gruppalariga proton signali 4-chi va 3 - signallarda, bunda ajraluvchi komponentlar orasida masofa bir xil buladi.

Kimyoviy siljishga kura bir-biridan fark kiladigan 2 protondan iborat sistemani kurib chikamiz. AX sistema

Kovalent bog orkali –S-S bog'i berilgan magnit maydonida parallel yunalgan magnit maydoni kuchlanishining kuchaytiradi vap X proton magnit maydon kuchlanish rezonansi kursatkichini (Δ) kiymatga kamaytiradi va antiparallel spinli A protonlar magnit maydon kuchlanish rezonansi kursatkichini shuncha kiymatga kuchaytiradi. SHunday kilib, A protonlar signallarining spinli xolati ta'sirida X proton signali bitta emas, balki 2 ta chastotada ($\nu_X + \Delta$) va ($\nu_X - \Delta$) ekanligi kuzatiladi, ya'ni 2 ga ajraladi. Uz navbatida A proton signali 2 spinli xolatida X protonlar xam 2 ga ajraladi. Kushni noekvivalent protonlarning spinli ta'siri kursatkichi, ya'ni multiplet piklari orasida masofa spin-spinli uzaro ta'sir konstantasi (SSTK) = J deyiladi.

SSTK – J gersdagi ifodalanadi. J kursatkich generator chastotasi yoki magnit maydon kuchlanishiga, o'zaro ta'sir etuvchi protonlar orasidagi bog'lar soniga teskari proporsional va bog'liqdir. Agar J_{AV} ajralish signali kursatkichi o'zaro ta'sir etuvchi protonlar chastotalariga yaqin bo'lsa, u xolda 2 juft signallar bir-biriga yaqinlashadi, o'rtacha signallar intensivligi chetki signallar intensivligiga nisbatan ko'tariladi.

Nixoyat, agar o'zaro ta'sir etuvchi protonlar kimyoviy siljishi bir xil bo'lsa, ular uchun bitta signal kuzatiladi, ya'ni **singlet signal**. Shunday qilib, agar metil gruppalariga protonlari yonida ular bilan o'zaro ta'sir etuvchi protonlar yo'q bo'lsa, masalan: murakkab efir ichidagi metoksil protonlar singlet signal kuzatiladi.

Agar metil gruppasi yonida noekvivalent proton gruppasi bo'lsa, masalan: etilgruppasi protonlari ajralib, qo'shni metilen gruppasi protonlarini ochib beradi. SHunday qilib, protonlarning o'zaro spin-spinli ta'simri natijasida (singlet)-birgina pik bir qancha piklarga ajraladi (ya'ni multiplet signal). Multiplet signalidagi piklar soni berilgan gruppada protonlarining o'zaro ta'sir protonlar soniga bog'liq bo'ladi va N-spin-spinli o'zaro ta'sirlanuvchi qo'shni gruppada protonlari soni.

J- dagi spektrlar birinchi tartibli spektrlar deyiladi.

Bunday spektrlarning multiplet signallardagi spektrlar intensivligi markaziy pik intensivligiga nisbatan simmetrik pasayadi.

Birinchi tartibli spektrlar piklarining nisbiy intensivligi Paskal jadvali orqali aniqlanadi.

Spin-spinli ta'sir etuvchi proton /	Multipletda piklarning nisb.intens	Multipletda piklar soni	Multiplet signallarning soni
0	1	1	Singlet
1	1 1	2	Duplet
2	1 2 1	3	Triplet
3	1 3 3 1	4	Kvartet
4	1 4 6 4 1	5	Kvintet
5	1 5 10 10 5 1	6	Seketet
6	1 6 15 20 15 6 1	7	Septet

Spin-spinli ta'sir kuchlari (SSTK) o'zaro ta'sir etuvchi protonlarning geometrik joylaniish haqida ma'lumot beradi. Alifatik birikmalarda o'zaro ta'sir etuvchi protonlar o'rtasidagi kimyoviy bog' sonining oshishi bilan SSTK kamayadi.

Molekulada qo'shnbog' va uchlamchi bog'lar bo'lsa, uzoq spin-spinli o'zaro ta'sir kuzatiladi.

Protonlarning **SSTK** dan uglerod atomi bilan qo'shnbog' orqali bog'langan sis- yoki trans-molekula tuzilishini xosil qilishi mumkin (jadvalgan qarang).

YAMR – spektri intenpretatsiya bosqichlari.

1. Spekrning sifat analizi.
2. O'rtacha murakkab signallar analizi.
3. Murakkab signallar analizi.

Spektrlarning interpretatsiyasi quvidagi tartibda olib boriladi.

1. Spekrning umumiy ko'rinishi
2. Integral chiziq
3. Xaraktatlanuvchi proton signallarini aniqlash.
4. Tor singlet signallarni aniqlash
5. Birinchi tartibdagi multiplet (oddiy) signallarini aniqlash.
6. Yuqori tartibdagi multiplet signallari.
7. YAMR spektri natijalarini boshqa usullar Bilan aniqlangan natijalar bilan solishtirish.
8. Natijalarning umumiy obzorini tuzish.

14-MA'RUZA. ATOM ABSORBSION FOTOMETRIYA USULINI NAZARIY ASOSLARI.

Ma'ruza rejasi:

1. Alanga fotometriyasi.
 - a) qisqacha teoretik ma'lumotlar va umumiy xarakteristikami
 - b) birikmalarning alangadagi issotsiatsiyasi
 - v) usulning sezgirligi

g) miqdoriy tahlil, nur intensivligini o'lchash

2. Emission spektroskopiya

a) usulning tartibi, aniqligi va sezgirligi

b) qo'llanilishi

v) nur intensivligini o'lchash

Tayanch iboralar:

Atom spektroskopiyasi usullari tashqi – valent elektronlar va ichki elektronlarning bir energetik holatdan ikkinchisiga o'tishiga asoslangan. Elektronlar bir energetik pog'onadan ikkinchisiga o'tib, dastlabki pog'onaga qaytganida atom muayyan nur chiqaradi. Bu vaqtdagi nurlanish natijasida hosil bo'ladigan spektrning to'lqin uzunligi va chastotasiga ko'ra atom spektroskopiyasi optik va rentgen spektroskopiya usullariga bo'linadi. Optik spektroskopiyada ultrabinafsha va ko'rinadigan soha spektrlari hosil bo'lishida valent elektronlar qatnashsa, rentgen spektroskopiyasida ichki elektronlar qatnashadi. Atomlarning valent elektronlari turli energiyaga ega. Optik soha spektrlarini olish maqsadida tekshiriladigan murakkab modda birok manba energiyasi yordamida atomlar holatiga o'tkaziladi. Ichki elektronlar energiyalari o'zaro yaqin bo'lganligi uchun rentgen spektrlarini olishda atomlash talab etilmaydi. Tekshiriladigan moddalarni atomar holatga aylantirish uchun turli xil atomizatorlardan foydalaniladi. Optik soha usullariga atom-absorbsiya va atom emission usullar kiradi. Bu sohada nurlanish va modda ta'sirlashganda ionizatsiya kuzatilmaydi. Tashqi, valent elektronlarni qo'zg'atish uchun talab etiladigan energiya ichki elektronlarni qo'zg'atish uchun talab etiladigan energiyadan ancha kichikdir. Ichki elektronlarni qo'zg'atish uchun katta energiya talab etiladi. Ichki elektronlarni qo'zg'atganda ionizatsiya kuzatiladi. Ionizatsiya natijasida chiqariladigan elektronga fotoelektron yoki ikkilamchi elektron deyiladi.

Atom-emission spektroskopiya usuli 1860 yilda Kirxgorf va Bunzenlar tomonidan tavsiya qilingan. Atom-emission analiz usuli alanga, elektr yoyi yoki uchqunida bug'latilgan va qo'zg'atilgan atomlarning chiqarish spektrlarini o'rganishga asoslangan.

Kuzatilgan atom yoki ionlar o'z-o'zidan asosiy energetik holatga o'tadi, bu vaqtda zarracha chastotasi

$$\nu = \frac{E_k - E_i}{h}$$

bo'lgan nur chiqaradi. Bu nur spektrografa spektra ajratiladi. Hosil bo'lgan spektrdagi "analitik chiziqlar" deb ataladigan chiziqlarning o'rni bo'yicha sifatiiy va uning intensivligi bo'yicha miqdoriy emission tahlil amalga oshiriladi.

Emission spektral tahlil usullarida tekshiriladigan moddani bug'latish, atomlash va qo'zg'alish uchun turli manbalar qo'llaniladi.

Qo'llaniladigan atomlash va qo'zg'atish manbalarining turlariga ko'ra atom-emission spektral tahlil qator usullarga bo'linadi. Qo'zg'atish manbasi sifatida alanga ishlatiladigan usul alanga fotometriyasi deb yuritiladi. Alanga fotometriyasi usulida alanga manbasi sifatida gorelka qo'llaniladi, unga turli yonilg'i berilishi mumkin. YOnilg'ining tabiyatiga ko'ra, alangadan chiqadigan issiqlik turli haroratga ega bo'ladi.

Atom-emission spektroskopiya usullarida qo'llaniladigan asosiy atomlash va qo'zg'atish manbalari

Atomlash manbasi	Xarorat °S	Namunaning xolati	Aniqlanadigan minimal massa ulush, %	Nisbiy standart chetlanish, S _t
Alanga	1700-4800	Eritma	10 ⁻⁷ -10 ⁻²	1*10 ⁻² -5*10 ⁻²
Elektr yoyi	3000-7000	Qattiq	10 ⁻⁴ -10 ⁻²	1*10 ⁻¹ -2*10 ⁻¹
Elektr uchquni	10000-12000	Qattiq	10 ⁻³ -10 ⁻¹	5*10 ⁻² -10 ⁻¹
Induktiv bog'langan plazma	6000-10000	Qattiq	10 ⁻⁸ -10 ⁻²	1*10 ⁻² -5*10 ⁻²

Alanga fotometriyasi usulida tahlil qilinadigan moddaning namuna eritmasi alangaga purkaladi. Bunda alanga qat'iy aniq qayta takrorlanuvchan xarorat bo'lishi kerak. Alanga yuqori haroratli

bo'lganligi uchun eritmaning erituvchisi bug'lanib (yonib) ketami. Alangada tekshiriladigan qattiq moddaning mayda zarrachalari qoladi. Bu zarrachalar oldin termik dissotsialanib, erkin atomlar (atomar gaz) hosil qiladi:



Hosil bo'lgan atomlarning bir qismi alanga energiyasini yutib qo'zg'atilgan holatga o'tadi. Qo'zg'atilgan xolatdan asosiy xolatga o'tgan atom o'z tabiatiga xos chastotaga ega bo'lgan fotonlar chiqaradi. CHiqayotgan fotonlar tegishli optik sistemadan o'tganda, bu sistema nurning umumiy dastasidan chastotalari aniqlanadigan moddaga to'g'ri keladigan qisminigina o'tkazadi. Ushbu nurlanishning intensivligini o'lchash asosida tekshiriladigan moddaning tabiati va miqdori aniqlanadi. Tajribalar jarayonida aniq va qayta takrorlanuvchan natijalar olish uchun alanganing harorati bir xil bo'lishini ta'minlash kerak. Buning uchun gorelkaga yonilg'i yoki oksidlovchi (havo yoki kislorod) qat'iy o'zgarmas tezlik va bosimda berilish kerak. Alanga harorati yuqori bo'lsa, chiziqlarning intensivligi va usulning sezuvchanligi ortadi.

Alanga fotometriyasi (AF)

AF – biroq element atomi tomonidan nurlanishni ajralishiga yoki nur yutishiga asoslangan SF metod hisoblanadi. Nurni yutish yoki ajratish atomlar elektronlarini bir energetik holatidan ikkinchi energetik xolatiga o'tishi bilan bog'liqdir. Elektronlarni pastki energetik qatlamlardan yuqori energetik qatlamlarga o'tishi tashqi nurlanishni ta'sirida (nurlanish chastotasi) $\nu = (E_1 - E_0)/h$ majburiy sodir bo'ladi.

Nurlanishda atomlarni ko'chishi o'z-o'zicha yoki tashqi nurlanishni ta'sirida hosil bo'lishida shu atomga u ajratadigan nur chastotasidagi nur ta'sirida bo'ladi.

Emission fotometriyada odatda atomlar elektronlarini qatlamlariga o'tishi o'z holicha o'zgarishi qo'llaniladi.

AF – alanga haroratini biroz pastligi sababli asosan, oson dissotsialanadigan moddalarni aniqlashga imkon yaratadi.

AF – usuli uni moslamalarini soddaligi, tahlil qilishni osonligi, boshqa fizik-kimyoviy tahlil usullariga qaraganda aniqligi, sezgirligi, uni keng qo'llanilishiga asos bo'ladi. U asosan qo'zg'oluvchi elementlarni va atomlarga oson dissotsialashgan moddalarni aniqlashda ishlatiladi. Bu usul asosan ishqoriy va ishqoriy-er metallarni mikrogramma miqdorini farm preparatlar tarkibidan aniqlashda keng qo'llaniladi.

Hozirgi vaqtda AF usuli bilan 50 dan ortiq elementlarni 2-4% aniqlikda aniqlanadi.

Tekshiriluvchi modda eritmasini namunasi purka gich yordamida gaz gorelkasi alangasiga yuboriladi, alangada modda gaz xolatga o'tadi, bunda tekshiriluvchi moddadan hosil bo'lgan atomlar nur manbaidan nur yutadi yoki nur ajratadi, bu nurlar fotoelementda aniqlanadi. Hosil bo'ladigan fototok miqdori modda konsentratsiyasiga proporsional bo'ladi. Hosil bo'lgan fototok kattaligi, hosil bo'lgan atomlar miqdoridan tashqari alanga tarkibiga, uni xaroratiga, purkagich konstruksiyasiga va purkalish sifatiga bog'liq bo'ladi. Fototok kattaligi birikmalarni atomlarga dissotsiyalanish darajasiga va atomlarni alangada ionlanish darajasiga ham bog'liq bo'ladi.

AF – yonish hosil qiluvchi manba sifatida turli gaz-aralashmalari qo'llaniladi.

Ba'zi alangalarni xarorati °C larda

Gaz turi	Nazariy	Amaliy aniqlangan
YOritish gazi-havo	1840	1700-1840
Korbyurator gazi havo	-	1918
Propan-havo	1925	1925
Vodorod-havo	2115	2000-2045
Atsitilen-havo	2250	2125-2397
Vodorod-kislorod	2600-2780	2550-2660

Yoritish gazi-kislorod	2800	2730
Propan-kislorod		
Rselien-kislorod		
Vodorod-ftor		
Ditsian-kislorod		
Ditsian-ozon		

Alangaga moddalar eritmasini purkash alanga xaroratini pasaytiradi. Elementlarni aniqlash sezgirligini pasayishiga salangani nurlanishini aniqlanayotgan elementni nurlanishiga spektri turli uchastkalarida mos kelib qolishi, alanga ayniqsa 306-330 nm to'liq uzunligida (UF) kuchli nurlanishga ega.

Purkash. Tekshiriluvchi modda namuna eritmasi odatda siqilgan gaz yordamida purkaladi. Purkalishi sifati, ya'ni uni disperslik darajasi, aerezollarni massasi, gaz bosimi, moddani fizik xususiyatlariga bog'liq (qovushqoqlik, sirt taranglik).

Eritma sirt tarangligi, qovushqoqlik qanchalik kichik bo'lsa, hosil bo'lgan tomchi diametri shunta kichik bo'ladi, bu kattaliklar esa temperaturaga bog'liq bo'ladi. SHuning uchun standart va tekshiriluvchi moddalar bir xil sharoitda aniqlanishi lozim.

Moddalar yuqori harorat ta'sirida termik parchalanadi va alangada aniqlanuvchi elementning turli birikmalari hosil bo'ladi. Komponentlarni porsial bosim kam bo'lganda bu birikmalar to'liq atomlarga dissotsiflanadi (shu metallarni oksidlari, gidrooksidlari, gidridlardan tashqari).

Metall atomlariga vodorod va uglevodorod, alanagalarida gaz xolatdagi oksidlari, gidroksidlari, gidridlari hosil bo'ladi. Bu hosil bo'lgan barqaror birikmalarni dissotsiasini dissotsiatsiya energiyasi E_{diss} yoki dissotsiyanish darajasi X belgilaydi. Agarda elementni oksidlarini dissotsiyanish energiyasi 5 ev dan kam bo'lsa turli gaz alangasida erkin atom- lari hosil qiladi.

Ko'pchilik metall oksidlarini dss energiyasi 6 ev bo'lsa ular metallarni erkin atomlarini hosil qilmaydi.

Elementlar oksidlarining dissotsiatsilanishi energiyasi (E_{diss}), ularning qo'zg'olgan energiyayayasi (E_{vzb}) rezonans chiziqlari bog'liqligi.

1. Atom nurlanishlari bo'yicha aniqlanuvchi elementlari
2. Absorbsion usulda aniqlaydigan metall elementlari
3. Emission usulda aniqlanuvchi metall elementlari
4. Absorbsion usulda ham, emission usulda ham aniqlanmaydigan elementlar.

Birikmalarning dissotsiatsiya darajasi (α) uni dissotsiatsiya konstantasi (K_{diss}), porsial bosimi (R_x) bog'liqligi ushbu formula bilan aniqlanadi.

$$\alpha = \frac{1}{1 + R_x/K_{diss}}$$

Formulada ko'rinib turibdiki alanagada moddalarni dissotsiatsiyasi to'liq sodir bo'ladi.

Alangaga tushayotgan atomlarni qanday qismi ionlanganini belgilaydi.

Ionlanish darajasi R/K_i nisbat qiymati kichrayishi bilan ortib borishi ko'rinadi, ya'ni alangada element konsentratsiyasini pasayishi va ionlanish konstanta sini ortishi alanga haroratini ortishi bilan bog'liq.

R/K_i nisbat ≥ 1000 bo'lsa, u holda ionlanish darajasi juda kichik bo'lib, (5) tenglamaga ko'ra umumiy atomlar miqdorini 3% idan oshmaydi.

Ionlanish darajasi qiymati $R/K_i < 0,01$ bo'lgan holda, Aksinka u qiymat 100% bo'ladi.

Demak, aniqlash xatoligini $\pm 3\%$ dan oshirmaslik uchun ionlanish darajasi $R/K_i > 1000$ bo'lishi zarur.

Ruxsat etiladigan nisbiy xatolik $\pm 10\%$ atrofida bo'lsa, ionlanish darajasi porsial bosim $R \geq 100 \cdot K_i$ hisobida bo'lishi kerak yoki porsial bosimdan konsentratsiyaga o'tilsa (1), u holda

$$S \cdot 10^{-d} \geq 100 K_i \text{ bo'ladi.}$$

Bu erda S – alangaga purkalayotgan eritmadagi element konsentratsiyasi, g. mol/l.

D – kat talik (3,7-4,8 orasida) bo‘lib, xaroratga, alanga tarkibiga va purka gich konsentratsiyasiga bog‘liq.

Ayrim elementlar uchun ionlanish energiyasi quyidagi tablitsada berilgan.

Ayrim elementlarning ionlanish energiyasi (I_{ev}) ionlar (q^{me+}) va atomlarning (q^{me}) statistik massalari

Element	I, ev	q^{me}	q^{me+}
Seziy	3,89	2	1
Uran	4,00	85	78
Rubidiy	4,18	2	1
Kaliy	4,34	2	1
Lyutetsiy	5,00	10	1
Natriy	5,14	2	1
Bariy	5,21	1	2
Litiy	5,39	2	1
Lantan	5,61	10	21
Stronsiy	5,69	1	2
Indiy	5,78	6	1
Talliy	6,00	6	1
Kalsiy	6,11	1	2
Talliy	6,11	6	1
Marganets	7,43	-	-
Kumush	7,53	2	1
Magniy	7,63	1	2
Mis	7,72	2	1

Haqiqiy ionlanish darajasini baholash uchun alanganing sirtqi qismiga nisbatan, ichki qismida harorat past bo‘lishi qonuniyatini va buning oqibatida ionlanish darajasini birmuncha pasayishini nazarda tutish kerak. Undan tashqari, aniqlanuvchi element atomlarini alangadagi ionlanish darajasini, alanga muxitida katnashuvchi begona atomlar hisobiga ham pasayishi mumkin. bunda ayniqsa ortiqcha va begona tez ionlanuvchi atomlar ishtiroki salbiy ta‘sir ko‘rsatadi. SHuning uchun aniqlanuvchi element atomlari ionlanishi o‘zgaruvchan natijalar bersa, tekshiriluvchi namuna eritmasiga tez ionlanuvchi elementlar ataylab qo‘shiladi va aniqlanuvchi element atomini ionlanishiga ta‘sir etiladi.

Usul sezgirliigi. AF usuli sezgirliigi absolyut va nisbiy sezgirlik bilan belgilanadi. Tekshiriluvchi moddani nur yuti shini yoki ajratishini alangaga yuboriladigan eng kam miqdoriga aytiladi. Absolyut sezgirlik alangaga yuborilayotgan tok quvvati va eritma hajmi V (ml/min), olinayotgan signali o‘lchash vaqtiga t va eritmadagi atomlar konsentratsiyasiga to‘g‘ri proporsional.

$$A = VC_t$$

Nisbiy sezgirlik - signal hosil qiladigan, purkalayotgan eritmadagi eng kam miqdor, nisbiy sezgirlik odatda % (og‘irlik bo‘yicha) yoki mkg/ml hisobida belgilanadi.

Miqdoriy tahlili. Bu fotometriya usulida odatda alanga nuri bilan qo‘zg‘otilgan atomlarni nur tarqatish intensivligini o‘lchashga asoslangan. Bu usul asosan engil qo‘zg‘oluvchi elementlarga qo‘llaniladi (potensial ionizatsii 8 ev).

Doimiy haroratda nur tarqatish intensivligi J konsentratsiyasiga to‘g‘ri proporsional.

J va C to‘g‘ri proporsionalligi odatda ionizatsiya, o‘z nurini yutish, alangada gaz holidagi yoki qiyin uchuvchi modda hosil bo‘lishi bu mutanosiblikni buzadi. YAna eritma tarkibi, purkash darajasi, alanga sifati o‘zgarimasiligi zarur. SHuning uchun aniqlash grafigi, odatda eksperiment yo‘li bilan bajariladi.

Agarda eritmada o'z nurini yutish ta'siri ko'p bo'lsa u holda L va C o'tasidagi mutanosiblik past konsentratsiyada saqlansa yuqori S konsentratsiyada J bilan C o'rtasidagi o'zgarish (mutanosiblik) V C da o'zgaradi.

Agarda ionizatsiya ko'r bo'lsa u holda J konsentratsiyani kvadratika proporsional ortadi.

O'lchash. Odatda o'lchash uchun fotometrlar svetofiltrlar, SF – lar qo'llaniladi.

Miqdorini aniqlash. Solishtirish usuli.

$$S_x = S_{st} \frac{\alpha_x}{\alpha_{st}}$$

Emission spektroskopiya.

Usul haqida qisqacha ma'lumotlar.

Umumiy ma'lumotlar. Emission spektoral tahlil, moddalarni kimyoviy tarkibiy qismini, sifat va miqdorini aniqlashda, atom va molekullarni spektral nurlanishga asoslangan.

Atomlarning spektral nurlanishi maxsus optik asboblarda tekshiriluvchi namunani yuqori xaroratda kuydirish bilan olinadi. Yuqori xarorat manbai sifatida doimiy yoki o'zgaruvchan quvvatli elektr yoyi, yuqori volt quvvatli chaqmoq uchqundan foydalanib yondirilgan tekshiriluvchi namuna bug'lanadi.

Atom va ionlarni dissotsiyanlash natijasida qo'zg'algan xolatga o'tib, spektr nurlanish hosil qiladi .

Har bir element xarakterli chiziqlardan iborat aniq to'liq uzunliklarida xususiy spektr nurlarini hosil qiladi . Tekshiriluvchi namunada xosil bo'lgan spektr chiziqlar tartibi bo'yicha modda sifatini, ya'ni spektral sifat tahlili olib borish mumkin. Namunadan olingan spektral chiziqlar intensivligini tahlil miqdorini etalan (standart) spektr intensivligi bilan solishtirib, namunadagi element miqdori aniqlanadi .

Emission spektral tahlil turlari .

Quydagicha emission spektral tahlil turlari bo'lishi mumkin:

Vizual tahlil. Tekshiriluvchi namuna spektrlari tarkibiy qismlari sifati miqdarini ko'rinadigan rang spektrlari xisobiga to'g'ridan- to'g'ri yoki ko'rinmaydigan rang spektrlarini turli aniqlovchi usullar yordamida aniqlashga asoslangan .

Fotografik tahlil. Tekshiriluvchi namuna spektrlari fototasmaga rasmi olinadi, so'ng uni sifat tahlili uchun spektroproektorda kuzatiladi. Miqdorini aniqlash uchun esa maxsus mikrofotoimetrlardan foydalaniladi, ya'ni spektr chiziqlar intensivligiga asoslanib namunadagi element miqdori aniqlanadi .

Moddani tarkibi ikki qabul qiluvchi fototoklarni hosil qilgan spektral chiziqlarini solishtirish ya'ni analitik juftlik asosida aniqlanadi. Bunda tahlil natijasi o'lchov asboblari shkalasiga qarab yoki maxsus o'zi yozib oluvchi qurilma tasmasidan olinadi.

Emission spektrlarni hosil bo'lishi. Barcha elementlar atomlari va ionlari normal va qo'zg'algan holatlarda bo'lishi mumkin. Normal xolatda atomlar minimal energiyasiga (E_0) ega bo'ladi va bu xolda nur chiqarmaydi. Tashqi ta'sir – tez xarakatli zarracha ionlari va elektronlar bilan urulishi natijasida atomlarning valent elektronlari normal pog'onadan (E_0) boshqa yuqori pog'onaga E_1 , E_2 va xakazo siljiydi.

Ma'lum vaqt o'tgach (10 -8sek) xar bir qo'zg'algan atomlar elektronlari o'z normal xolatiga yoki oraliq energetik pog'onasiga qaytadi. Bunda bo'shagan energiya kvant nuri h_xolida nurlanadi va ular ma'lum to'liq uzunliklarida spektr chiziqlari (2 gam) hosil qiladi. Bu o'zgarishni farqi formulada quydagicha bo'ladi .

$$E = E_1 - E_0 = h\nu = \frac{hS}{\lambda}$$

E_1 va E_0 – qo'zg'algan va normal xoldagi atom energiyasi .

h – Planck barqarorligi

S – nur tezligi

ν – nurlanish chastotasi

λ – spektr nur to'liqin uzunligi .

Energiyaning o'tish soni va bunga monand, spektrda hosil bo'lgan spektral chiziqlar xar bir element atomining elektron qatlamlari tuzilishi va dinamikasi bilan aniqlanadi. Chunki ko'p atomlar turlicha boshlang'ich energiya bilan qatnashadi, hamda spektr nurlanishida shu elementga xos borcha energetik o'zgarish chiziqlari borligi ko'riladi. Spektr nurlari ularning to'liqin uzunliklari va intensivligi bilan xarakterlanadi. Spektral chiziqlar intensivligi esa atomning mumkin bo'lgan energetik o'zgarishlar soni, hamda ularning hosil bo'lishi bilan bog'liq. Uni quyidagi formulada ifodalanadi.

1. Qo'zg'alish xarorat imkoniyati qancha katta bo'lsa, spektral chiziq ham shuncha ko'p intensivlikka ega bo'ladi
2. Yuqori energetik qo'zg'alish xolatiga o'tganda atomlarni qo'zg'alish soni kamayadi
3. Xarorat man'bai, ayrim yo'nalish intensivligi nisbati va spektr butunligi bilan aniqlanadi
4. Atomning yuqori energiya tenligi, spektral intensivlik yo'nalishini aniqlashda asosiy faktor hisoblanadi.

Energetik qavat yadrodan qancha uzoq bo'lsa, atomni qo'zg'atish uchun shuncha kam energiya zarur bo'ladi. Har bir element uchun ularga rezonans spektr chiziqlari eng yuqori intensivlikni namoyon qilib , kam qo'zg'alish energiyasiga ega va hosil bo'lish imkoniyati yuqori .

Rezonans spektrlar juda kichik konsentratsiyadagi elementlarni aniqlashda qo'llaniladi va ko'pincha "analitik chiziqlar" deb nomlanadi .

Neytral atomlar bilan birga, bir va ko'p qayta ionlangan atomlar chiziqli spektrlarni beradi .

Ionlarning nurlanish mexanizmi atomlarning nurlanish mexanizmiga o'xshash. Element atomlari spektrlari turli ionlanish darajasiga monand xolda farqlanadi .

Atomlardan tashqari, ko'pchilik ikki va uch atomli molekularlar o'z spektr nurlanishlariga ega. Molekulalarning nurlanishi ularning elektron quvvatini o'zgarishidan ham sodir bo'ladi. Bunda molekulalarning tebranma va aylanma quvvati o'zgaradi va birlamchi hamda qo'zg'algan qatlam elektron quvvati unga yaqin qator xolaticha taqsimlanadi.

Elektronlarning o'tishi natijasida spektrdagi bir chiziq o'rnida unga yaqin joylashgan chiziqlar paydo bo'ladi va spektr yo'lini hosil qiladi . SHuning uchun molekulalarning spektr nurlanishi yo'l-yo'l nurlanish deyiladi .

Atomlarning spektr nurlanish chiziqlari kabi , ularni xam kant to'liqin uzunliklari spektr yo'llari intensivligi bilan belgilanadi (kant deb o'tkir va yuqori intensiv molekulyar spektr nurlanish chegaralariga aytiladi). Ko'p molekularlar spektr nurlanishlari ularni spektral tahlili uchun qo'llaniladi.

Masalan: CN radikalining spektr nurlanishi uglerodni aniqlash uchun qo'llaniladi. CaF – faktorni aniqlashda izotoplarning yadro massasidagi farq kattaligi ta'siridan o'ta nozik strukturali spektral yo'llar xosil bo'lishiga sezilarli ta'sir etadi. Bu xususiyat izatoplar spektral tahlili asoslanadi .

Qo'zg'atish manbalari

Elementlar spektrlarini qo'zg'atish tekshiriluvchi namunani yuqori xaroratli maydonga yoki bir vaqtda xar ikkala ta'siriga kiritish bilan sodir etiladi. Yuqori xarorat gaz xolatiga o'tkazish uchun zarur bo'lib, bunda atom va katta tezlik bilan xarakatlanuvchi zarrachalar orasida energiya quvvati almashiladi. Elektr maydoni esa zarrachalarning xarakatlantirish uchun zarur .

Spektrlarni qo'zg'atuvchi manbalar sifatida quydagilar qo'llanilishi mumkin : elektr yoyi, elektr chaqmoq uchquni, impuloli va elektrovakuum razryadlari .

Doimiy va o'zgaruvchan tok yoy razryadi 3000-7000°S gacha effektli xarorat beradi, hamda qiyin eruvchan va o'zidan tok o'tkazmaydigan ko'pchilik elementlar analizi uchun qo'llaniladi

10000-16000 v yuqori voltli tok chaqmoq uchquni esa, 7000-15000°Sga effektli xaroratda yuqori qo'zg'alish potentsialiga ega elementlarni atomlarini qo'zg'atish va ionlashtirish uchun qo'llaniladi.

Impulsli va elektrovakuum razryadlari, inert gazlar atomlarini va yuqori ionlashuvchi atomlarni qo'zg'a-tishda qo'llaniladi .

Bir turdagi elementlarning uchqunli va elektr yoyli spektrlari bir-biridan farq qiladi. Uchqunli spektrlar ionlar chiziqli spektrini, elektr yoyi esa qo'zg'algan neytral atomlar spektr yo'llarini namoyon qiladi .

Spektral sifat tahlili

Spektral sifat tahlili elementlar spektr nurlarining xususiyatiga asoslangan. Spektral chiziklar u yoki bu elementga talluqli ekanligini aniqlash uchun spektral chiziqlar to'lqin uzunliklarini bilish zarur. Spektlarni ko'rish (vizual) solishtirish yoki spektrograflarda spektrlarni rasmini olish usullarida amalga oshiriladi .

Sifat tahlilida ikki masalani xal qilish mumkin :

- 1) namunada ma'lum qanday elementlar borligini belgilash yoki
- 2) noaniq tarkibli namunadagi bor bo'lgan barcha elementlarni aniqlash

Birinchi xolda, namuna namoyon etgan spektrdan ma'lum bir yoki birinchi elementlarga xos analitik chiziqlar qidirilsa, ikkinchi xolda spektrda ko'rinayotgan chiziqlarni bu yoki boshqa elementga xosligi belgilanadi . Xar ikkala xolatda tekshirilayotgan spektral chiziqlar to'lqin uzunliklarini o'lchanadi.

Spektral chiziqlar to'lqin uzunliklarini o'lchash

Spektral tahlil uchun zarur bo'lgan mos to'lqin uzunliklarini o'lchashda quyidagi uch usuldan biri qo'llaniladi :

1. Dispersion chizmani qo'llash usulida, ya'ni spektral asbob shkalasi ko'rsatgichlari va spektordagi to'lqin uzunlik chiziqlari orasidagi bog'liqlik chizmasi asosida . Bu usulda aqiqlanayotgan to'lqin uzunligiga yaqin, aniq ma'lumotlar olinadi .

2. Olingan spektr aniq spektr bilan solishtiriladi .Bu usulda ko'p- roq temirli spektrdan foydalaniladi, chunki bu spektrda ko'p sonli yaxshi o'rganilgan spektr chiziqlari mavjud. Spektral chiziqlar atlas bo'lib, unda temir spektrini bosh elementlar eng xorakterli chiziqlari bilan xolatlari belgilangan .

3. Namuna spektrini etalon spektri bilan solishtirish etalon sifatida toza element spektri qo'llanadi. Analitik chiziqlar spektrlari etalon spektrga mos kelsa, namunada shu element bor deb xisoblanadi .

Spektral miqdor tahlili

Spektral miqdor tahlili elementlar spektr chiziqlari entensivligi (J) aniqlanuvchi namunadagi element konsentratsiyasiga (S) bog'liqligiga asoslangan. Bu kattaliklar emperik aniqlangan tenglik (Lomakin formula) bilan quydagicha ifodalaniladi .

$$J = a \cdot C^v$$

Bunda a - spektr chiziqlarini umumlash ko'rsatgichi kattaligi(uchqunli yog' , kichik va katta kabi) ,bug'lanish tezligi va diffuziya tezligi .

V - tegishli qism oqmasi "o'sish oqmasi"

Lomakin formulasi qiymatlari logarifmlab, chiziqli bog'liqligi olinadi.

$$\lg J = \lg a + v \cdot \lg C$$

Ammo spetral chiziqlar intensivligi faqat aniqlanuvchi namunadagi element miqdorigagina bog'liq bo'lmasdan, u qo'zg'atuvchi sharoit va bug'lanishga ham bog'liq (bug'lanish tezligi satxiga, yonishning o'zgaruvchanligiga). SHuning uchun absalyut spektr chiziqlari intensevligiga asoslangan miqdoriy tahlili, etarli aniq emas va tahlil spektr chiziqlarning nisbiy intensivligiga asoslanib bajariladi. Spektr chiziqlar nisbiy intensivligi deganda hosil qilingan spektral intensivligi boshqa tenglashtiriluvchi deb nomlanuvchi, spektral chiziqlar intensivligiga nisbatini tushuniladi .

Tenglashtiruvchi spektr chiziqlari tanlashda element spektrlarigi monand namuna tarkibida doimiy o'zgaras spektrlar olinadi.

Ko'pincha tenglashtiriluvchi element sifatida namunadagi asosiy yoki qo'shimcha element tanlanadi va har bir tekshiriluvchi namunaga bir xil miqdorda qo'shiladi, hamda ichki standart deb nomlanadi(yoki etolan) .

Nisbiy intensivlikni o'lchashga yaroqli spektr chiziqlariga quydagi talablar qo'yiladi .

Har ikkalasi solishtiriluvchi spektr chiziqlari bir xil kelib chiqishga (elektr yoyi yoki chaqmaq uchqunli), yaqin potensial qiymat va to'liq uzunliklariga ega bo'lishi kerak . Vizual tekshirilganda bir xil rangda va okulyardi bir vaqtda ko'rinishi kerak. Tahlil uchun tanlangan chiziqlar boshqa elementlar spektr chiziqlari ustiga tushmasligi kerak . Bunday chiziqlarni gomologik juftlik deb nomlanadi .

Miqdor tahlili usullari

Vizual fotografiya va fotoelektrik usullarda bajarilishi mumkin.

Vizual usul ko'pincha namunani yarim miqdoriy ekspress analizlarida qo'llaniladi. SHuning uchun oxirgi yillarda fotoelektrik usuldan foydalaniladi .

Fotografiya usuli esa o'zining spektrogrammada, spektral chiziqlar qorayishi intensivligi hosil bo'lishiga asosan aniqlanadi .

Fotoplastinkaga tushayotgan nur intensivligi va qorayish orasidagi bog'liqlik fotoplastinka qiyshiq chizig'i xarakteristikasi deb nomlanadi .

Bu qism uchun nur intensivligi (J), ekpozitsiya vaqti (t – sek) va qorayish (S) orasida quydagi bog'liqlik formulasi bilan belgidanadi .

$$S=f(Jt)$$

Bunda VS – to'g'ri chiziqli qism og'ish burchagi tangenisi, kontrastik deb nomlanadi .

R – konstanta (doimiylik) – qiymati 1 p

X¹ – fotoplastinka konstanta shvarsilda inersiyasi .

Fototografik usulida miqdoriy analizning asosiy maqsadi fotoplastikaga yoki fotoplyonkaga olingan nisbiy spektral nur chiziqlarini aniqlashdan iborat .

Ikki nisbiy spektral chiziqlar fotografiyasini solishtirib aniqlash usuli fotometrik usul asosini tashkil etadi .

Ikkala spektrlar qorayish chiziqlarini chizma xarakteristikasini to'g'ri chiziqli qismda bo'lsa, unda birinchi spektr chizig'i uchun quydagi tenglamani yozish mumkin .

Bu usul asosan xozirgi zamon metodlarida qo'llanmoqda .

Spektrogrammalaridagi spektral chiziqlar qorayishi mikrofotometrlarda o'lchanadi .

Fotoplastinkadagi spektral qorayish chiziqlarini mikrofotometrda o'lchash

Fotoplyonkadan spektral qorayish chiziqlarini fotoelektrik mikrofotometrlarda o'lchab aniqlaniladi. Nur tor tirqishdan chiqib plastinkadagi spektral chiziqlar orqali o'tadi. Plastinkadan o'tgan nur intensivligi galvanimetr bilan ulangan fotoelementga tushadi. Spektral qorayish o'lchov birligi sifatida plastinkaning tiniq qismlaridan o'tgan nur ta'siridan galvanimetrda o'zgarishini logarifimik qiymati va spektral qorayish chizig'i birligi sifatida tiniq plastinkadan o'tgan nur va spektral chiziqlik plastinkadan o'tgan nurlar nisbotidan, galvanimetrda ko'rsatkich qiymatining logarifmi olinadi .

O'lchov asbobida galvanimetr o'lchamlarini aniqlovchi logarifimlik shkala mavjud bo'lib, u asosan spektral qorayishini baholash uchun qo'llaniladi. Nisbiy intensivlikni va spektral miqdoriy tahlilda odatda ikkita spektral chiziqlar – qo'shimcha spekt chiziqlar va ichki standart spektr chiziqlari intensivligi solishtiriladi va modda konsentratsiyasi logarifimli hamda qo'shimcha chiziqlar spektral qorayishini (S₁) solishtiruvchi chiziqqa (S₂) nisbati asosida grafik tuzuladi .

$$\Delta S = f(S) \quad \Delta S = S_1 - S_2$$

Grafikdan foydalanib noaniq element konsentratsiyasi aniqlanadi. Masalan, bu metod 3 ta etalonni 1 ta fotoplstinkaga tushi rib, 3 ta ma'lum bo'lgan element etaloni bilan solishtiriladi.

Mikrofotometrda spektrlarni hamma etalonlarini va tekshiriluvchilarni gomologi juftlik qoriyish (aniqlanuvchi element chizig'i va ichki standart chizig'i). So'ng etalonlarni qorayish farqi hisoblab chiqiladi va grafik tuziladi.

$$S = f(S)$$

Kalibrovkalik grafikdan foydalanib, noma'lum elementni konsentratsiyasi aniqlaniladi.

Spektral chiziqlar intensivligini fotoelektrik asboblarda yordamida aniqlash.

Fotoelektrik spektral tahlil usuli asosida ham vizual va fotografik usullardagi qiymatlar olinadi.

Fotoelektrik spektral o'lchash analitik juft intensiv chiziqlar intensivligini, fotoelektrik qabul qiluvchi qurilmadan olingan, elektr signali kattaliklariga asoslab, aniqlashdan iborat.

Zamonaviy radiotexnik asboblarda murakkab sxemalar asosida yakuniy ma'lumotni grafik chizma holida yoki pechatlangan sonlar holida yozib beradi.

Fotoelektrik qurilma quyidagi qismlardan iborat:

1. Spektrlarni qo'zg'atuvchi generator.
2. Fotoelektrik qabul qiluvchi qurilmali monoxromator
3. Kuchaytirgich va o'lchov qurilmasi.
4. Stabillashirilgan tok bilan ta'minlovchi blok.
5. Hisoblovchi – yozib oluvchi qurilma.

Qurilmaning har bir qismiga bir qator talablar yuklanadi. Masalan, spektr qo'zg'otish manbalari elektrodlar oralig'ida sarf qilinuvchi doimiy quvvat bilan ta'minlanishi, elektrodlar oraliq masofaga yuqori talab qo'yiladi va ular 0,01-0,03 mm aniqlik bilan joylashtirilishi shart, metallik elektrodlar sirti yuqori aniqlik bilan himoyalaniishi shart. Spektrlarni qo'zg'otish uchun elektron boshqaruvli generatorlar qo'llaniladi GEU-1, ular zarur quvvatli o'zgaruvchan tok hosil qiladi. Spektral – monoxromator esa aniq analitik spektr chiziqlari hosil qiluvchi disperss chiziqlarni namoyon etishi zarur. Shuning uchun ko'p kanalli asboblarda difraksion panjaralar bazasida quriladi.

Qabul qiluvchi qurilma sifatida fotoelektrik surma-seziy katodi, 2100-6500 Å gacha sezgirlikka ega bo'lgan kuchaytirgich xizmat qiladi. (kaliy va natriy qo'shilsa sezgirligi 8000 Å gacha ortadi).

O'lchov sxemami hosil bo'lgan elektr zaryadni kondensatorda to'plash asosida ishlaydi, bu fotografiya yozishga ekvivalent hisoblanadi. O'lchov sxemami sistemami beradigan hisoblar spektral chiziqlar intensivligiga proporsional.

15-MA'RUZA. XROMATOGRAFIK TAHLIL USULLARI HAQIDA UMUMIY MA'LUMOTLAR. XROMATOGRAFIYANING RIVOJLANISH TARIXI VA SINFLANISHI.

Ma'ruza rejasi:

1. xromatografiya turlarini kimyo va farmatsevtikani rivojlanishidagi ahamiyati.
2. xromatografiyaning rivojlanish tarixi va dunyo olimlarining xromatografiyaning rivojlanishiga qo'shgan xissalari.
3. xromatografiya usullarining sinflanishi.
 1. fazalarni agregat xolati bo'yicha.
 2. qo'zg'almas faza bilan tekshiriluvchi modda o'rtasida sodir bo'ladigan o'zaro ta'siri.
 3. fazalarni o'zaro harakatlanishi.
4. xromatografiya jarayonini olib borishda qo'llaniladigan moslamalar bo'yicha.
5. xromatografiya jarayoni maqsadi.

Tayanch soʻz va iboralar: *Xromatografiya, Qoʻzgʻaluvchi faza, qoʻzgʻalmas faza, sorbent, start chizigʻi, front chizigʻi.*

Xromatografiya - kimyoviy tahlilning zamonaviy usullariga talluqlidir. Bu usulning ahamiyati juda katta. Xromatografiya tabiatda moddalarni oʻzgarishlarini oʻrganishga, atmosferada va tabiiy suv xavzalarida iflosliklarni aniqlashga yordam beradi. Dori turlarini ishlab chiqarish, tadbqiq qilishda hamda odam aʼzosida moddalarni parchalanishi aniqlashda qoʻllaniladi. Xromatografiyani rivojlanishi analitik kimyoning uslublarini ishlab chiqish bilan bogʻliq. Xromatografiya oʻzining soddaligi, tezkor va oddiyliigi tufayli toksikologik kimyo va biologik kimyoda qoʻllanilidigan analitik usullardan eng koʻp tarqalgan usuldir. Farmatsevtik preparatlarni tahlil qilishda, sintezning oraliq va oxirgi xosil boʻlgan maxsulotini tadbqiq etishda, dorilarni barqarorligini aniqlashda va tabiiy moddalarni tahlil qilishda bu usul boshqa usullardan ustundir.

Xromatografiyaga 1903 yili rus botanigi M.S.Svet chop etgan “Adsorbsion xolatlarining yangi ilmiy tushunchalari va ularni biokimyoviy tahlilda qoʻllash” nomli tadqiqotlari asos boʻldi. Shuning uchun 1903 yil xromatografiya usulining tashkil topishining boshi deb hisoblanadi. Oʻzi tavsiya etgan xromatografik usulning asoslarini taʼkidlar ekan, Svet “Aralashgan eritmalarni adsorbent ustunidan filtrlarda pigmentlar har xil rangdagi aloxida zonalarga ajraladilar. Spektrdagi yorugʻlik nurlari kabi murakkab pigmentning tarkibiy qismlari (komponentlari) adsorbent ustunida qonuniyatga binoan birin – ketin ajraladi va sifatini aniqlashga qulay xolatga oʻtadi. Ushbu rangli preparatni “Men xromatogramma deb nomladim, bu usulni esa tahlilining xromatografik usuli, deb atadim” deb yozgan edi. Bu jumlaning M.S.Svet tahlil qilinayotgan komponentlarning tanlangan adsorbentga nisbatan xususiyatlariga asoslangan adsorbsion xromatografik usulning aniq va ravshan ifodasini berdi.

M.S. Svet kashf etgan usul koʻpincha bunday xollarda boʻlgani kabi, uning zamondoshlari tomonidan qabul qilinmadi va uzoq yillar qoʻllanilmadi. Ammo shu yillar adsorbsiya sohasida N.D.Zelenskiy, N.A. SHilova, M.M.Dubinina, L.K. Lepin, K.V.CHmutova va M.L.CHepelevskiy tomonidan olib borilgan ilmiy izlanishlar xromatografiyani rivojlanishiga asos yaratdi. 1931 yilda R.Kun, A.Vintershteyn, E.Lederlar Svet usuli bilan karotindan λ va β - karotinlarni ajratib olib, bu usulni qanchalik qimmatli ekanligini namoyish etishdi. M.S.Svet tekshirilayotgan moddalar eritmasini va qoʻzgʻaluvchi faza naychaga joylashgan adsorbent ustunidan oʻtkazgan. SHu sababli bu usul ustunli xromatografiya nomini olgan (kolonkali xromatogra-fiya).

1938 yilda N.A.Izmaylov va M.S. SHraybu Svet taklif etgan usul shaklini oʻzgartirishni, yani moddalar aralashmasini yupqa sorbent qatlami bilan qoplangan plastinkada ajratishni taklif qilishdi. SHunday qilib, moddalarni mikromiqdori tahlil qilish imkonini beruvchi yupqa qatlamli xromatografiya usuli vujudga keldi.

1941 yilda Martin va Sindjar moddalarni boʻlinishini asosiga tahlil qilinayotgan moddalarni ikkita oʻzaro aralashmaydigan suyuqliklarga nisbatan taqsimlanish koeffitsenti har xilligi asosida taqsimlanish xromatografiasini kashf etishlari xromatografiyani keng rivojlanishiga turtki boʻldi. Qoʻzgʻalmas fazani ushlab turuvchi sifatida qogʻoz qoʻllanma boshlangandan soʻng taqsimlovchi xromatografiya keng qoʻllaniladigan boʻldi, ayniqsa oqsil moddalarni tadbqiq etishga uning ahamiyati katta boʻldi.

1947 yilda T.V.Gapon, E.N. Shemyakin ilk bor eritmada ionlar aralashmasini xromatografik usul bilan ajratdi va buni sorbent va eritmada ionlarning roasidagi almashinuv reaksiyasi deb izohladi. SHunday qilib, xromatografiyaning yana bir yoʻnalishi ion almashinuv xromatografiasi kashf etildi.

1948 yilda E.N. Gapon va T.V.Gaponlar M.S.Svet tomonidan qiyin eriydigan choʻkmalarni eruvchanlik xususiyatlariga asoslangan xolda moddalar aralashmsini xromatografik usul bilan ajratish mumkinligi haqidagi qilingan bashoratini roʻyobga chiqarishdi. SHunday qilib, choʻktiriluvchi xromatografiya kashf etildi.

1951 yilda A.A.Juxovitskiy oʻz hamkasblari bilan gazlar aralashmsini ajratish uchun qoʻzgʻaluvchi faza gaz bilan birga sorbentga va ajratilayotgan aralashmaga harorat maydoni maʼlum bir meyorda taʼsir qilishni taklif qildilar. Ushbu usul gaz xromatografiasi deb nomlandi.

Xromatografiya usuli A.Martin va A.Jeyms tomonidan gaz suyuqlik taqsimlanish xromatografiyasi ishlab chiqishgach yangi suyuq qo'zg'almas faza va qo'zg'almas gaz fazasi orasida tahlil qilinayotgan aralashmaning komponentlarini taqsimlanish koeffitsienti har xilligiga asoslanganligi isbotlangandan keyin yana ham ravnaq topdi. Xromatografiyaning ana shu yo'nalishi o'zining universalligi, sezgirligi va selektivligi tufayli juda ham keng qo'llaniladi.

1957 yilda M.Goley sorbentni ingichka nayning ichki qavatiga o'tkazishni, yani kapillyar xromatografiyani taklif qildi. Bu variant ko'p komponentli aralashmani mikromiqdorda tahlil qilish imkonini beradi.

60 yillarda aniq o'lchamli g'ovakchalarga ega bo'lgan ionogen, shuningdek, zaryadlanmagan gellarni sintez qilish imkoni tug'ildi. Bu vaziyat gel – xromatografiyani, yani moddalar aralashmasini ularning gellarga har xil singish xususitlariga asoslanib ajratish usuli – xromatografiyaning yangi yo'nalish vujudga kelishiga turtki bo'ldi. Bu usul har xil molekulyar og'irlikka ega bo'lgan moddalar aralashmasini ajratishga imkon berdi va molekulyar xromatografiya deb nomlandi.

Ammo bu yo'nalishlar tashqi ko'rinishda qanchalik bir-biridan yiroq bo'lmasin M.S.Svet izohdagan umumiy qonunga asoslanadi. Bu ajratilayotgan aralashmaning komponentlari ikki faza orasida biri ustki qavati rivojlangan qo'zg'almas, ikkinchisi esa oqim bo'ylab qo'zg'almas qavatdan filtrlanib taqsimlanishi qoidasidir.

Xromatografiya usulini sinflanishi

Sinflanishga asos qilib har xil xususiyatlarni olish mumkin:

- a) fazalarning agregat xolati bo'yicha.
- b) elementar aktning tabiati bo'yicha.
- v) fazalarning nisbatan qo'zg'ash xususiyatiga asosan.
- g) jarayonni asboblarda bajarilishi bo'yicha.
- d) jarayonni maqsavdi asosida.

Fazalarning agregat xolati bo'yicha sinflanishi

Qo'zg'almas faza qattiq, qo'zg'aluvchan faza suyuqlik yoki gaz bo'lishi mumkin. SHu sababli suyuqlik – qattiq modda yoki gaz – qattiq modda xromatografiyasi bo'lishi mumkin. Bu xromatografiya turi har xil ko'rinishga ega.

Qo'zg'aluvchan va qo'zg'almas fazalar suyuq bo'lsa, suyuqlik – suyuqlik xromatografiyasi deb nomlanadi.

Agar qo'zg'aluvchi faza gaz bo'lsa, u gaz suyuqlik xromatografiyasi deyiladi. Qo'zg'aduvchi faza modda bo'lsa, u xolda bu fazada eriydigan qattiq suyuqlik moddalar tekshirilishi mumkin. Agar qo'zg'aluvchi faza gaz bo'lsa, tahlil qilinayotgan moddalar gaz yoki bug' xolatida bo'lishi lozim.

Elementar aktning tabiati bo'yicha sinflanishi

Qo'zg'almas faza qattiq modda bo'lsa, tahlil qilinayotgan modda (sarat) qattiq faza (sorbent) bilan o'zaro ta'siri yana:

1. adsorbsiya akti – molekulyar adsorbsion xromatografiyasi bo'lishi mumkin.
2. qattiq faza ionlarini eritmalaridagi ionlarga almashishi ionalmashinuv xromatografiyasi.
3. xromatografik tahlilida qiyin eruvchi moddalarni kimyoviy reaksiyalar natijasida hosil bo'lishi va bir biridan ajralishi cho'ktiruvchi xromatografiyasi.

Suyuq va gazsimon moddalarni molekulyar adsorbsion xromatografiyasi yordamida ajralishi, ajratilayotgan komponentlar aralashmasini va qattiq faza adsorbentini o'zaro bir-biriga mos kelishiga bog'liq. Xromatografiyani bu yo'nalishi rangli klassik yo'nalishdir.

Ionalmashuv xromatografiyasida qattiq faza va eritma ionlari bir-biriga ta'sir qiladi. Eritmadagi ionlar aralashmasining ajralishi qattiq fazaga nisbatan, ularni mos kelish darajasiga bog'liq. Bu xolatda qattiq fazaning moddasi ionlari bilan almashish xususiyatiga ega bo'lishi – ionalmashuvchi yoki ionit bo'lishi kerak. Tahlil qilinayotgan modda faqat eritma xolatida bo'lishi lozim.

Cho'ktiruvchi xromatografiyada ajralayotgan aralashma komponentlarni qattiq faza tarkibidagi cho'ktiruvchi bilan kimyoviy reaksiyaga kirishib, qiyin eruvchi cho'kmalar xosil qiladi.

Agar qo'zg'almas faza suyuqlik bo'lsa, elementar akti tahlil qilinayotgan moddani suyuq fazaning eritmasida erish adsorbsiyasi sodir bo'ladi. Bu xolatda taqsimlanish xromatografiyasi namoyon bo'ladi.

Tahlil qilinayotgan aralashma komponentlarni ajralishi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi faza suyuq fazalar yoki suyuq va gaz xolidagi fazalar orasidagi taqsimlanish koeffitsientlarni turliligiga asoslansa, birinchi yo'nalish suyuqlik – suyuqlik, ikkinchi gaz suyuqlik taqsimlanishi xromatografiyasi deyiladi.

Gel xromatografiyada suyuqlik faza ma'lum o'lchamli g'ovakchalarga ega bo'lgan maxsus sorbent gelda bo'ladi, aralashmaning ajralishi esa uning komponentlarni gel g'ovakchalariga joylanish xususiyati darajasining turliligiga asoslanadi. Real sharoitda doim tahlil qilinayotgan moddalar va qo'zg'olmas faza orasidagi jarayondan tashqari yana bir qator xodisalar kechishi mumkin. Jumladan ionalmashuvidan tashqari ionitda adsorbsiya jarayoni yuz beradi, gaz suyuqlik xromatografiyasida moddani suyuq qo'zg'almas fazada erishdan tashqari gaz va suyuqlik oralig'ida adsorbsiyalanishi kuzatilishi mumkin.

Fazalarga nisbatan qo'zg'alish xususiyatiga asoslangan sinflanish

To'rtta yo'nalish mavjud: elyuent xromatografiyasi, frantal, siqib chiqaruvchi va umumlashtirilgan xromatografik variantlar.

Elyuant xromatografiyasi

Sorbent bilan to'ldirilgan shisha nayni toza yoki gazsimon qo'zg'aluvchan faza V bilan yuviladi. Qo'zg'aluvchi fazani oqimini to'xtatmasdan nayning yuqori qismiga suyuq yoki gazsimon tahlil qilinayotgan aralashmaga (A va V moddalar) yuboriladi. Sorbentni ustiga tushib moddalar shimila boshlaydi va qo'zg'aluvchi fazaning yo'nalishi bo'yicha harakatlanadi. Bu moddalarning harakat tezligi turlichadir. Nayda dastlab qo'zg'aluvchi faza toza xolda chiqadi. So'ng qo'zg'aluvchi faza bilan A moddasi chiqa boshlaydi, u ko'paya borib, keyin nolga tushadi. Keyin naydan yana toza qo'zg'aluvchi faza chiqadi va nixoyat V modda chiqadi. Elyuent usuli xromatografiyaning eng keng tarqalgan usulidir. Uning afzalligi aralashmani komponentlarga to'liq ajralishidir. Kamchiligi esa aralashma moddalarni qo'zg'aluvchi faza moddasi bilan ancha suyulishi va moddaning kalonkadan chiqayotgan konsentratsiyasini pasayishi.

Frontal xromatografiya

Sorbent bilan to'ldirilgan nayni A va V moddalar eritilgan gaz yoki suyuq erituvchi bilan yuviladi. Bunda A – moddasi V ga nisbatan sorbentga shimilish xususiyati pastroqdir. Aralashma sorbent qavatidan tinmay o'tkaziladi. Sorbentning ustki qavatiga tushayotgan A va V moddalar borib E erituvchini naydan siqib chiqarishadi, bu aralashmaning harakat fronti kamroq shimiluvchi A moddasi, so'ng dastlabki aralashma harakatidan iborat. SHunday qilib, sorbent avval kam shimiluvchi A moddasi bilan to'ydiriladi. So'ng V moddasi bilan. Bunday xollarda xromatogramma pog'ona ko'rinishiga ega bo'ladi. Pog'onalarni soni tahlil qilinayotgan aralashma komponentlariga teng bo'ladi. Elyuent xromatografiyasi va frontal xromatografiyalar ikkinchisining aralashmadan toza xolda faqat bitta sorbentga kam shimiluvchi moddani ajratish xususiyati bilan farq qiladi.

Siqib chiqaruvchi usul

Siqib chiqaruvchi usulda aralashma komponentlarini siqib chiqariluv moddasi desorbsiyasi siqib chiqaruvchi moddani eritma oqimiga yuborish bilan amalga oshiriladi. Sorbent bilan to'ldirilgan nayni qo'zg'alish fazasi bilan oldindan yuviladi. So'ng naydan siqib chiqaruvchi modda saqllovchi qo'zg'aluvchi fazani oqim bilan yuboriladi. Frontal usuldan farqi xromatogrammaning har bir pog'onasi aralashmaning komponentiga talluqliligi bilan farq qiladi. Elyuant xromatografiyasida siqib chiqaruvchi usulda eritma aralashma komponentlarini suyultirilmaydi.

Umumlashtirilgan usul

Xromatografik tahlilda qattiq shimiladigan moddalarni yuvishda qiyinchiliklar namoyon bo'lishi mumkin. Bunday xollarda birlashtirilgan usuldan foydalaniladi. Buning ma'nosi shundaki, dastlab

elyuent usul qo'llaniladi, bunda naydan kam shimiluvchi moddalar yuvilib chiqadi. So'ng erituvchiga kuchli shimiluvchi modda qo'shib, kam shimiluvchi moddalar yuvib chiqariladi yoki eritmani kuchli shimdiriluvchi modda aralashtirilib, aralashma komponentlarini siqib chiqariladi.

Jarayonni asboblarda bajarilishi bo'yicha sinflanishi

Xromatografiyani ba'zi bir variantlari asboblarda qo'zg'almas fazani joylashishi bilan farq qiladi. Eng tarqalgan varianti, (kolonkali) nayli usuldir. Qo'zg'aluvchi faza va tahlil qilinayotgan moddalarni bir – biriga tegishli sorbent zarralarini ustki qavatini aralashma komponentlarini qo'zg'aluvchi fazadagi eritmasi bilan yuvilishi va bu moddalarni sorbent qavatlariga orasiga joylashishi orqali sodir bo'ladi.

Suyuqlik – suyuqlik taqsimlovchi xromatografiyani qog'ozda bajariladigan usuli keng tarqalgan. Qo'zg'almas faza ustidan yupqa qog'oz qatlami qoplanadi, suyuq qo'zg'aluvchi faza harakati qog'ozning kapillyar kuchlari ta'sirida qog'oz bo'ylab yo'nalishida amalga oshiriladi.

Xromatografik jarayonni maqsadi bo'yicha sinflanishi

1) Analitik reaksiya xromatografiya

Xromatografiyaning katta ahamiyatli tahlil usuli sifatida uni moddalar aralashmasidan ayrim moddani sifat va miqdoriy aniqlashda qo'llanishi hisoblash kimyoviy reaksiyalar bilan tarkibni aniqlashni oddiylashtirish va sodda birikmalar xosil qilish bilan birga erituvchilar sistemasida xromatografik jarayonni uyg'unlashtirib olib borilishi analitik reaksiya xromatografiyasi deyiladi.

2) Preparativ xromatografiya

Ushbu usul analitik kimyodan, shuningdek preparativ xromatografiyadan farq qiladi, hamda xromatografiyaning mustaqil bir varianti hisoblanadi. Preparativ xromatografiyada aralashmalar preparativ maqsadda bir-biridan ajratiladi (qorishmalar xoli toza moddalar olish uchun). Bunday vaziyatda xromatografik asbob uskunaning ishlab chiqarish unumdorligi xamda ajratilayotgan moddaning tozaligi asosiy o'rinda turadi. Preparativ xromatografiyaning (shuningdek asosiy moddaga qo'shimcha bo'lib) saqlanayotgan kam miqdordagi moddaning konsentratsiyasini kupaytirish va butunlay ajratib olish asosiy maqsaddir.

16-MA'RUZA. MODDALARNI XROMATOGRAFIK USULDA AJRALISHINING FIZIK-KIMYOVIY XOSSALARI. QOG'OZ XROMATOGRAFIK TAHLIL USULI VA UNING VARIANTLARI.

Ma'ruza rejasi:

1. Moddalarni xromatografik usulda ajralishining fizik-kimyoviy asoslari.
 - a) tekshiriluvchi modda bilan sorbent va qo'zg'aluvchi faza o'rtasida sodir bo'ladigan ta'sir kuchlari, o'zaro ionli kuchlar, kordinatsion kuchlar, dipol ta'siri, vodorod bog'lanish, xelat komplekslarni hosil bo'lishi, dispers kuchlar.
 - b) xromatografik jarayonni, sorbentlarni va erituvchilar sistemasini tanlash.
- II. Qog'oz xromatografik tahlil variantlari.
 - a) qog'oz xromatografiyasi ajratish xromatografiya sining bir bo'lagi.
 - b) qog'oz xromatografiyasida qo'zg'almas faza va unga qo'yiladigan talablar.
 - v) qog'oz xromatografiyasining turlari: aylanma (radial) kolonkali xromatografiya.
 - g) qog'oz xromatografiyasining dori moddalarini taxlil qilishda qo'llanilishi.

Tayanch so'z va iboralar: *Qog'oz xromatografiyasi, ion kuchlar, koordinatsion kuchlar, sorbent, sistema, taqsimlanish koeffitsienti.*

Xromatografik ajratish jarayonining fizik-kimyoviy asoslari

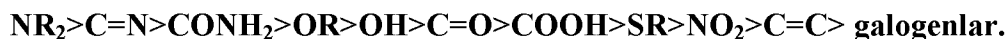
Xromatografiya qilinayotgan moddaga sorbent yoki erituvchilar aralashmasi tomonidan bitta yoki bir necha kuch ta'sir qilish mumkin.

1. Ionli kuchlarning o'zaro samarali ta'siri.

Bunday kuchlar kuchli nordon yoki kuchli asosli yoki ion almashuvchi sorbentlar bilan xromatografiya qilinayotganda o'z ta'sirini ko'rsatadi. Bunday o'zaro ta'sir birikmalarni anion yoki kation shaklida - organik kislotalarni ishqoriy Al_2O_3 da yoki organik asoslarni silikagelda xromatografiya qilinganda kuzatiladi. Ionli kuchlar ta'sirini kamaytirish uchun yuqori dielektrik o'tkazuvchan katta dipol xolatli (suv, polyar organik erituvchi), molekulari ionlarini zaryadini kamaytirib ionlarni qo'zg'aluvchanligini oshiruvchi erituvchilar aralashmasini qo'llash maqsadga muvofiqdir. Bu aralash malarni kamchiliklari ularni yuqori xromatografik faolligi va ushbu vaziyat ta'sirida molukulada polyar gruppalari aktivligi sababli moddalar yaxshi aralashmasligidadir. SHu boisdan ko'p xollarda ionlar hosil bo'lishini kamaytiradigan sorbent va erituvchilar aralashmasi qo'llanadi.

2. Koordinatsion kuchlar ta'siri.

O'zaro koordinatsion kuchlar, elektron zaryadli atomi bo'lgan (Al, Si, Ca, Mg, Fe va boshqalar) sorbent va bo'linmagan elektron juftli funksional gruppalar yoki atomlar (galogenlar, -O-, -N-, -S-, S=S) orasida kuzatiladi. Koordinatsion kuchlar ta'siri xromatografiya qilinayotgan modda adsorbent yuzasi bilan bog'langan erituvchi molekulasini siqib chiqarishga qodir bo'lganda yuzaga keladi. Funksional gruppalarining koordinatsion kuchlari ta'siri quyidagi qatordagi tartibda kamayib boradi.



Ushbu qator faqat sorbent yuzasi va ba'zi bir funksional gruppalarni o'zaro ta'sir kuchlarini tashkil qiluvchi kuchlardan biri hisoblangan koordinatsion kuchlar uchun ahamiyatlidir. YAkuniy kuch, boshqacha qilib aytganda funksional gruppalarni adsorbsiyalanish xususiyati shu gruppani va adsorbsion markazni hamma o'zaro ta'sir kuchlari yig'indisidan iborat.

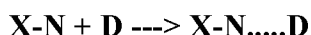
Bu qatorda amin gruppalar sorbent yuzasidan suvni siqib chiqara oladi, lekin nitrogruppalar yoki galogenlarni siqib chiqara olmaydi. Koordinatsion bog'larni hosil bo'lishi va ularni mustaxkamligi xromatografiya qilinayotgan modda molekulasida funksional gruppalarni mavjudligiga, shuningdek sorbent tarkibida tegishli metall atomi bo'lishiga ham bog'liq. SHunday qilib bunday bog'larni hosil qilish xususiyatiga ega qattiq sorbentlarda xromatografiya qilish funksional gruppalari bilan farqlanadigan izomerlarni ajratishda qo'l keladi.

3. Dipollarni o'zaro ta'siri.

Dipollar ta'siri - o'rtacha quvvatli ta'sirlardandir. Bunday o'zaro ta'sirni molekulada barqaror dipol mavjud bo'lganda, molekulada nitril, amid, laktam, karbonil, karboksil, gidroksil, nitrogruppalar, ayrim xollarda galogenlar bo'lganda nazarda tutish kerak. Koordinatsion kuchlar barqaror kuchli dipolli birikmalar spirtlar, ketonlar, galogenga almashgan uglevodorodlar, efirlar aralashmalarda yoki yaqqol dipol xususiyatli qo'zg'olmas fazada xromatografiya qilinayotganda muhim o'rin tutadi. Ba'zi bir jihatdan bunday kuchlar alyuminiy oksidi va silikagelda xromatografiya qilinganda namoyon bo'ladi.

4. Vodorod bog'lari ta'siri.

Vodorod bog'lari ta'siri - moddalarni xromatografik xossalarini belgilovchi asosiy hisoblanadi. Vodorod bog'lari proton sifatida ajralish xususiyatiga ega bo'lgan aktiv vodorodi bor va bo'sh juft elektroni bo'lgan almashinuvchilar orasida vujudga keladi (Lyuis asosi).



N-donori, N.akseptori vodorod bog'i

D - Lyuis asosi, X esa-O, N, F, Cl, S ba'zan S atomlari bo'lishi mumkin.

Bunda vodorod qanchalik kuchsiz bog'langan bo'lsa (kislotalik xususiyatlari qanchalik kuchli bo'lsa) va Lyuis asosi ham shunchalik mustahkamdir. Bunday kuchlar o'rtacha kuchdagi o'zaro ta'sir kuchlarga kiradi. Chunki sarflanadigan maksimal energiya 10 kkal/mol dan oshmaydi.

Vodorod donori yoki akseptori o'rnida, erituvchi yoki qo'zg'almas faza bo'lishi mumkin. Kimyoviy birikmalarda bog'larni engil vujudga kelishi nuqtai nazaridan 5 guruxga bo'lish mumkin, ulardagi moddalar bog'larni mustahkamligi kamayib borishi bo'yicha quyidagi tartiblarda joylashgan.

a) vodorod donorlari $\text{SNCl}_3 > \text{CH}_2\text{Cl}_2 > \text{CH}_2\text{Cl}-\text{CH}_2\text{Cl}$

b) vodorod akseptorlari alkilgidrazinlar $> \text{NN}_2 > \text{azobirikmalar} > \text{nitrillar} > \text{oddiy efirlar} > \text{ketonlar} > \text{murakkab efirlar} > \text{nitrobirikmalar} > \text{aramatik uglevodorodlar} > \text{olefinlar}$.

v) bir vaqtning o'zida vodorod donor va akseptori bo'la olish xususiyatiga ega gruppalarni saqllovchi birikmalar: $\text{ON} > \text{N}_2 > \text{kislotalar} > \text{fenollar} > \text{oqsillar} > \text{spirtlar} > \text{imidlar} > \text{amidlar} > \text{gidrazin hosilalari} > \text{birlamchi va ikkilamchi aminlar}$.

g) molekulasida Yuqorida ko'rsatilgan gruppalarni kamida ikkitasini saqllovchi bir-biridan ancha molekulalararo vodorod bog'lari yordamida mustaxkam bo'shliq panjaralarni yuzaga keltiruvchi masofada bo'lgan birikmalar: ko'p asosli organik kislotalar, spirtlar, aminlar va boshqa polifunksional guruxlar saqlagan moddalar.

d) vodorod bo'ylarni yuzaga kelishida ishtirok etmaydigan moddalar CS_2 (serouglerod), to'rt xlorli uglerod, siklogeksan, alifatik yog' qatori uglevodorodlari.

5. Xelat kompleksining hosil bo'lishi.

Metall atomida bo'sh gidroksil gruppasi bo'lgan sorbentlarga xosdir. Bu turdagi bog'larni ichki molekulalar bog'larni hosil qiluvchi moddalar yuzaga keltiradi. Bunday bog'lar nafaqat alyuminiy oksidini ishlatganda, balki temir oksidi yoki magniy gidroksidini ishlatganda ayniqsa α -amino spirtlar, α -oksialdegidlar yoki ketonlar, O.aminofenol, α -oksibenzoy kislotalarni xromatografiya qilganda hosil bo'ladi. Substrat xossalriga qarab qayd etilgan birikmalar yo xelat (bunda sorbent va moddaning o'zaro ta'siri kuchayadi) yoki ichki molekulalar vodorod bog'lari xosil qiladi (modda bilan sorbentning o'zaro ta'siri kamayadi). SHu sababli Yuqorida qayd etilgan birikmalarni alyuminiy oksidida xromatografiya qilganda izomerlarga qaraganda R_f qiymati -kichkina bo'ladi, qog'oz yoki silikagelda esa buning aksi kuzatiladi.

6. Dispersion (Vander-Vals) kuchlari.

Dispersion (Vander-Vals) kuchlari - eng kuchsiz o'zaro ta'sir kuchlaridir, ammo ular molekuladagi uglevodorodli qismlarining gidrofob o'zaro ta'siriga mas'uldirlar yoki xromatografiya qilinayotgan modda va erituvchi bir-biri bilan uchrashganda namayon bo'ladi. Aynan shu kuchlar gamologlarni ajralishiga mas'uldirlar, chunki uglevodorod zanjiri qanchalik uzun bo'lsa shunchalik erituvchi bilan uning o'zaro ta'siri samarali bo'ladi.

Ba'zi molekulalardagi funksional gruppalar bir vaqtning o'zida bir necha tur bog'larda qatnashi mumkin. 1-jadvalda funksional gruppalarni qatnashishi xususiyatiga ega bo'lgan bog'larning turlari haqida, bu o'zaro ta'sirning yarim miqdorini baholash bilan birgalikda ma'lumotlar keltirilgan. Xromatografiya qilinayotgan moddaning va sorbent hamda eritmaning u yoki bu o'zaro ta'sirga beriluvchanlik xususiyati bilan baxolanadi.

1-jadvalda ko'rinib turibdiki, SN_2 gruppasiga faqat dispersion o'zaro ta'sir kuchlar xosdir. SHunday qilib, $-\text{SN}_2$ gruppasining soni bilan farq qiladigan moddalarni ajratishda faqat dispersion kuchlarga ega sorbentlar tanlanadi. 2-jadvalda takidlanganidek, bunday ajratish uchun parafin moyi bilan qoplangan sorbentlar kukunli polietilen, sellyuloza va dezaktivlangan silikagel qo'l keladi. Alyuminiy oksidi va aktivlangan silikagel bunga to'g'ri kelmaydi.

Xromatografik sistemani tanlash

Sorbent va erituvchilar sistemasini dastlabki mo'ljalini belgilash uchun SHtal xromatografiya qilayotgan moddaning ikki qutbliligini taxmin qilgan xolda uni ajratilishini taminlaydigan aktivlikka ega sorbent va ikki qutbli erituvchi sistemalarini tanlash uchun chizma tavsiya qildi.

Sorbentni tanlash

Sorbentni tanlashda aniqlanayotgan moddalar molekulalaridagi funksional guruxlar soni va ularning xossalari asosiy omildir. Odatda modda va sorbentning o'zaro ta'sir kuchi funksional gruppalar soni

va adsorbsion aktivligi oshgan sari ko'payadi. Ba'zi bir funksional gruppalarni adsorbsion aktivligini tahlil qilib Brokman va Volpers ularni qutbliligi ortishi bo'yicha quyidagicha qatorga joylashtiriladi.



Ushbu qator faqat informativ xususiyatiga ega, chunki uning tartibi sorbent va erituvchilar sistemasi xossalari shuningdek elektron zichligi, funksional gruppalariga ta'sir qiluvchi molekulaning qismlariga bog'liqdir. SHu sababli moddalarni xromatografik ajratish imkoniyatlarini ularni kimeviy tuzilishidan kelib chiqib aniqlanadi. Quyidagi qoidalarga rioya qilish kerak bo'ladi.

1. Zanjirda uglerod atomlari soni yoki ularni joylashishi bilan farq qilinadigan moddalar dispersion o'zaro ta'sirga ega bo'lgan sorbentlar yordamida ajratiladi (uglevodorodlar yoki silikon moyi bilan shimdirilgan va ba'zan kam aktiv sorbentlarda).

2. Ikki bog' va uch bog'lari bo'lgan moddalarni qattiq koordinatsion bog'lar hosil qiladigan sorbentlarda ajratiladi (aktivlangan alyuminiy oksidi, silikagel, gips (CaSO_4)). Ular ayniqsa kumush nitrati shimdirilgan silikagelda yaxshi ajratiladi, chunki kumush ionlari olefin va atsetilenlar bilan juda barqaror kompleks hosil qiladi.

Kumush nitrat saqlagan silikagelda ikkilamchi va uchlamchi uglerod-uglerod bog'li molekulada kuchli qutbli guruxlar bo'lganda ham ajratilishiga ta'sir qiladi.

3. Funksional guruxlarni joylashishi va bo'shliqdagi tahminiyl joylashuvi bilan farq qiluvchi moddalar aktiv sorbentlarda kam aktiv sorbentlarga qaraganda yaxshiroq ajratiladi.

4. Bitta funksional guruxlarni, ammo tabiati har xil moddalar hamma turdagi sorbentlarda yaxshi ajratiladi.

5. Ko'p sonli qutbli guruxlarga ega moddalarni ajratish uchun oldin ularni alohida guruxlarini bir biriga ta'sirini tadbiq etib, so'ng taqqoslash kerak. Qutbli gruppalarni soni ko'paygan sari aktiv sorbentning sezgirligi keyingi keladigan guruxga nisbatan kamayadi. SHu boisdan silikagel va alyuminiy oksidida xromatografiya qilishda funksional guruxlarni qutbliligini pasaytirish zarur. Qutbli guruxlarni modifikatsiya qilish kutgan natijalarni bermasa, u xolda funksional guruxlar va ularni xususiyatlariga juda sezgir bo'lgan, taqsimlovchi xromatografiyani qo'llash tavsiya etiladi. Bir necha qutbli guruxlarga ega molekulali moddalarni ajratish uchun kuchli aktivgan silikagel, kizelgur, silon va parafin formamid shimdirilgan kizelgur ishlatish mumkin.

Erituvchilar sistemasini tanlash

Amaliyotda ma'lumki erituvchilar sistemasi moddalarni bir-biridan ajratish xususiyati $R_{f_{\max}} - 0,5$ atrofida bo'lsa, eng yuqori samarali hisoblanib, start tomonga ham front tomonga ham u pasaya boradi. Shuning uchun mazkur aniqlanuvchi moddalar aralashmasini R_f qiymati 0,5ga nisbatan simmetrik joylashadigan erituvchilar sistemasini tanlash kerak. Turli erituvchilar moddalar aralashmasini turli darajada ajratish xususiyatiga ega. Ba'zi bir mualliflar erituvchilarni shu xususiyati asosida ularni elyutrop qatoriga joylashtirdilar. Bu qatorlar bir-biriga o'xshash, lekin butunlay bir-biriga mos kelmaydi. Erituvchilarni bu elyutrop qatorida joylashish tartibi faqat sanoqli xollarda xaqiqatga to'g'ri keladi va ular aniqlagan moddalarga talluqlidir. Masalan: Trappening ma'lumotlariga qaraganda dietil efiri xloroformga nisbatan, ko'proq xromatografik aktivlikka ega, boshqa mualliflarning ta'kidlashicha, buning aksidir. Streyn tuzgan elyutropik qator butunlay farq qiladi, unda efir va atseton benzoldan oldin joylashgandir.

Bunday farqlarning sababi erituvchining ajratish xususiyati xromatografiya qilinayotgan modda bilan erituvchi orasidagi o'zaro ta'sir kuchlari yig'indisi bilan belgilanadi. Dispersion o'zaro ta'sir kuchlari va dipollar assotsiatsiyasi oshib ketgan xollarda erituvchilarni modda bilan o'zaro ta'sir kuchiga proporsional bo'lgan dielektrik o'tkazuvchanlik yaxshi ko'rsatkich hisoblanadi. Vodorod bog'lari hosil bo'lishi mumkin bo'lgan xollarda erituvchanlik qanchalik kuchli donor yoki akseptorlikni namoyon etishi kerak. Koordinatsion bog'lar vujudga kelishi mumkin bo'lgan xollarda ham bu ko'rsatkichdan foydalanish mumkin. SHunday qilib tanlanayotgan erituvchini uning qanday o'zaro ta'sirlarga qodirligini bilish zarur.

3- jadvaldan ko‘rinib turibdiki, har bir erituvchiga ma’lum tur o‘zaro ta’sirlar ko‘proq taalluqlidir. Masalan: geksanning xromatografiya qilinayotgan modda bilan o‘zaro ta’siri faqat dispersion kuchlar yordamida amalga oshadi.

Xloroform ajratilayotgan modda bilan vodorod akseptoriga ega bo‘lsa, uni dispersion kuchlar va vodorod bog‘lar bilan bog‘lash xususiyatiga ega bo‘lishi xisobiga dipollar assotsiatsiyasi orqali o‘zaro ta’sirini ko‘rsatadi. Dietil efiri ham shunday xususiyatga ega, lekin efir ajralayotgan modda donor bo‘lsa, barqaror vodorod bog‘lar hosil qilishi mumkin. Bu misollardan ko‘rinib turibdiki universal elyutrop qatorini tuzish xarakatlari zoe ketadi, turli erituvchilar sistemasini ajratish xususiyatini baholayotganda barcha o‘zaro ta’sirlarni va ularni kuchini nazarda tutish kerak.

Biron bir ajratish xususitiga ega sistemasini olishning eng sodda usuli bu ikkita har xil qutbli erituvchilarni bir-biri bilan turli nisbatda aralashtirishdir.

YUqori qutbli erituvchini konsentratsiyasini 1-4 % ga ko‘paytirganda sistemaning ajratish xususiyati to‘g‘ri emas, balki deyarli ekspotensiial oshadi yoki boshqacha qilib aytganda qutbliroq erituvchini oz qo‘shganligimizda uning ajratish xususiyati juda tez oshadi. Ekspotensiial egri chiziqning dastlabki ko‘tarilishi ikkala erituvchining qutbliligi har xil bo‘lishiga qarab shunchalik yaqqol bo‘ladi.

Ikkita turli qutbli erituvchilarni aralashtirib har xil ajratish xususiyatiga ega sistema tayyorlash mumkin. Ammo xromatografiya qilinayotgan moddaning R_f -ko‘rsatkichi 0,5 ga teng bo‘lgan hamma erituvchilar sistemi ham bu turdagi moddalarni yaxshi ajratavermaydi. SHu sababli ba’zi xollarda bir necha sistemalarni qo‘llab ko‘rib, komponentlarni maksimal ajratishga erishgan sistemani tanlash kerak. Bunday sistemalar jumlasiga xloroform, efir va etanolning benzoldagi 5% eritmasi, bo‘lishi mumkin. Bularda xloroform vodorod donori, efir vodorod akseptori, uchinchi sistema esa donor va akseptorlik xususiyatiga ega. Bu sistemalarni ajratish xususiyatini har xilligini kam qutbli va o‘rta qutbli moddalarni bir-biridan ajratayotganda kuzatish mumkin.

Erituvchilarning elyutrop qatorlari (turli avtorlar tomonidan tuzilgan)

№	Trappe	Streyn	Djeks va Metyu	Rayxshteyn va SHoppe	Neger	SHtal
1	Petroleyn efir	Petroleyn efir	Geksan	pentan	pentan	Pentan, geksan, heptan
2	Siklogeksan	Siklogeksan	Benzol	Petroleyn efir	Petroleyn efir	Siklogeksan, siklopentan
3	Tetraxlor-metan	Uglerod sulf	efir	benzol	Tetroxlor-metafos	SSI
4	Trixlor-etilen	efir	Xloroform	efir	benzol	Toluol, benzol
5	Toluol	atseton	etilatsetat	xloroform	Efir	Dixloreten, xloroform
6	Benzol	Benzol	Dixloreten	metanol	Dixlor-metan	tetraxloreten
7	Dixlor-metan	toluol	Butanol-2		xloroform	Efir
8	Xloroform	Efir, organik k-ta	atseton		atseton	metiletilatseton
9	Efir		Etanol		Etilatsetat	Etilatsetat
10	Etilatsetat	Dixlor-etan	metanol		propanol	Piridin
11	Atseton	Spirtlar			Etanol	Tetragidrofuran
12	Propanol-1	piridin			Suv	Dioksan, atseton
13	Etanol	Organik k-ta			Sirka k-ta	Anilin, fenol
14	Metanol					Etanol, metanol, SN_3SOON , sut kis-ta, suv

Xromatografiyada bogʻlarni hosil qilish uchun koʻproq qoʻllaniladigan erituvchilarning yarim miqdoriy baholanishi

№	Erituvchi	Akseptor	Donor	Dipollar ta'siri	Dispersion	Koordinatsion	Ion
1	Alifatik uglevodorodlar (geksan)	-	-	-	++++	-	-
2	Tetraxlormetan	-	-	(+)	+++	+	-
3	Serouglerod	-	-	(+)	+++	+	-
4	Benzol	+	-	-	+++	+	-
5	Xloroform	-	++	++(+)	++	+	-
6	Dixlormetan	-	++(+)	+++	++	+	-
7	Dixloretan	-	+	+++	+++	+	-
8	Efir	+++	-	++	+++	+++	-
9	Diizopropil efir						-
10	Tetragidrofuran	+++(+)	-	++	+++(+)	++(+)	-
11	Metanol	+++(+)	-	+++	++	+++(+)	-
12	n-butanol	++(+)	+++	+++	++	+++	+
13	Fenol	++	+++(+)	+++	++	++	++
14	Atseton	+++	+	+++	++	+++	-
15	Sirka kislotasi	++	++++	++	++	++	++++
16	Etilatsetat	++(+)	(+)	+++	+++	++(+)	-
17	Suv	+++	+++	+++(+)	+	+++	++
18	Formamid	+++	++	++++	+	+++	-
19	Dimetilformamid	++++	+	++++	++	++++	-
20	Piridin	++++	-	++	++(+)	++++	-

Eng koʻp qoʻllaniladigan qoʻzgʻalmas fazalarni turli bogʻlanishlar hosil qilishdagi yarim miqdoriy qobilyati

№	Qoʻzgʻalmas faza	Akseptor	Donor	Dipollar ta'siri	Dispersion	Koordinatsion	Ion	Xelat hosil qilish
1	Sellyuloza	+++	+++	+++	+++		(+)	-
2	Parafin shimdirilgan	-	-	+	+++	-	-	-
3	Formamid shimdirilgan	++++	+++	++++	++	-	-	-
4	Glikol shimdir	+++	+	+++	+++	-	-	-
5	Murakkab efir shimdi	+++	+	+++	+++	-	-	-
6	Silikagel+5% <i>suv</i>	++	+++	+++	+	+++	+	+
7	Silikagel+10-15% <i>suv</i>	+++	++++	+++	++	++	++	+
8	Silikagel+20-40% <i>suv</i>	+++	++++	+++	+++	+	+	-
9	Al ₂ O ₃ 1stepen aktivnost	++	+	+++	+	++++	++	+++
10	Al ₂ O ₃ 3 stepen	++	++	+++	++	+++	++	++

	aktivnost							
11	Al ₂ O ₃ 5 stepen aktivnost	+++	+++	+++	++	++	++	+
12	Kremnezem	+++	+++	++	++	+	-	-
13	Florisil	++	+++	+++	++	+++	+++	+++
14	CaSO ₄	+	+	+++	+	+++	+++	+
15	MqCO ₃	++	+	+++	+	+++	+++	+++
16	Temir oksidi	++	+	+++	+	+++	+++	+++
17	Poliamid	++++	+++	++++	+++	+	-	-
18	Kislotali ionit	++	++++	+++	+++	++	++++	-
19	Asosli ionit	++++	++	+++	+++	-	++++	-

Amaliyotda ko'proq uchrab turadigan funksional gruppalarning har-xil bog'larni hosil qilish darajasini yarim miqdoriy baholanishi

№	Funksional grupp	N-bog'ining hosil bo'lishi		Dipollarning o'zaro ta'siri	Ta'sir etuvchi kuchlar		
		akseptor	donor		dispersion	koordinatsion	ionli
1	SN	-	-	-	++++	-	-
2	S=C	(+)	-	-	+++	+	-
3	C=C	(+)	-	-	+++	+	-
4	C ₆ H ₅	+	-	-	+++	++	-
5	galogen	+	-	++	++	++	-
6	OH	+++	++++	+++	+	+++	(++)
7	OR	+++(+)	-	+++	++	+++	-
8	SH	(+)	+++	+++	+	+++	++
9	SR	(+)	-	+++	++	+++	-
10	NH ₂	++++	+++	+++	+	+++(+)	+++(+)
11	NR ₂	++++	-	+++	+++	++++	++++
12	NO ₂	+++	-	++++	++	++	-
13	CN	++	-	++++	+	+++	-
14	CO	+++	-	+++	++	+++	-
15	COOR	++(+)	-	+++	+++	++(+)	-

II. Qog'oz xromatografik tahlil. Qog'oz xromatografiyasining nazariy asoslari.

Qog'oz xromatografiyasi usulida xromatografik jarayonga bir qancha xolatlar ta'sirida namoyon bo'ladi. Ular qog'oz tolalarining joylashishi, absorsiya jarayoni, ion almashuv protsesslari.

Dori vositalarini xromatografik taxlil qilishda moddani ikki faza orasida taqsimlanishi nazarda tutiladi. 1944 yil A.Martin, R.Konden va A.Gordonlar tomonidan kolonkali xromatografiyada taqsimlanish nazariyalarini qog'oz xromatografiyasiga tatbiq etdilar.

Kolonkali taqsimlanish xromatografiyasida moddani ikki faza orasidagi taqsimlanishi quyidagi formula bilan isbotlanadi:

$$K_D = \frac{S_n}{S_n}$$

S_n - qo'zg'almas fazadagi modda konsentratsiyasi.

S_n - qo'zg'aluvchi fazadagi modda konsentratsiyasi.

K_d - taqsimlanish koeffitsent.

Qog'oz xromatografiyasida moddani qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas fazalar orasidagi miqdoriy proporsiya bilan aniqlash katta xatoliklarni keltirib chiqaradi. Shuning uchun R_f qiymati asosida xisoblab topish mumkin.

$$R_f = \frac{\text{startdan modda dog'igacha masofa}}{\text{startdan frontgacha masofa}}$$

Formulani quyidagicha talqin qilinsa:

$$R_f = \frac{R_p}{A_p} = \frac{A_n}{A_p + K_d \cdot A_n}$$
$$\text{bundan: } K_d = \frac{A_n}{A_r R_f}$$

A_p - qo'zg'aluvchi faza hajmi

A_n - qo'zg'almas faza hajmi.

Qog'oz xromatografiyasida dori vositalarini aniqlashda quyidagi formulani qo'llash mumkin:

$$R_f = \frac{l}{L}$$

l - moddani xarakatlangan masofasi

L - erituvchi xarakatlangan masofa.

R_f - qiymatning doimiyliqi A_p/A_n nisbatdagi qiymatni doimiyligiga bog'liq. Bu doimiylikni o'zgarishi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar orasidagi adsorbsion va ion almashuv jarayonlarini o'zgarishiga bog'liq bo'ladi.

R_f - qiymat qog'oz xromatografiyasida qo'zg'almas faza tarkibiga, tajriba olib borish texnikasiga, xaroratga va bosim kabi omillarga bog'liq. Lekin modda konsentratsiyasiga bog'liq emas.

Taqsimlovchi xromatografik jarayonni qog'oz variantini amalda qo'llashda eng asosiy talab xromatografik qog'ozning sifati bo'lib, u o'zida qo'zg'almas faza sifatida qog'ozda saqlanuvchi suv miqdori nazarda tutiladi.

Qo'zg'almas fazani ushlovchi qog'ozga quyidagi talablar qo'yiladi:

qog'oz kulsiz va organik chiqindilardan xoli bo'lishi;

qog'ozning qalinligi butun satx bo'ylab bir xilligi;

qo'zg'aluvchi faza va aniqlanuvchi modda bilan reaksiyaga kirishmasligi;

standart eritmani aniq va to'liq ajratib berishi;

qo'zg'aluvchi fazani bir xil tezlikda xarakatlanishini ta'minlashi.

Bunday xromatografik qog'ozlar yuqori sifatli paxta tolalaridan maxsus tayyorlanadi. Ular N1, 2, 3, 4 raqamlari bilan va M, B va "Vatman" belgilari bilan chiqarilib, sekin va tez xromatografik jarayonlar o'tkazishda qo'llaniladi. Qog'oz qancha zich bo'lsa, (B) qo'zg'aluvchi faza xarakati shunchalik sekin bo'ladi.

Maxsus xromatografik qog'oz bo'lmagan xollarda oddiy filtr qog'oz tasmasi olinib, uni 0,1n natriy ishqoriy spirtli eritmasi bilan so'ng 2% xlorid kislota eritmasi bilan yuvib quritilgach, xromatografik jarayon uchun qo'llash mumkin.

Qog'oz xromatografiyasi xam, gaz-suyuqlik xromatografiyasi kabi, taqsimlovchi xromatografiya hisoblanadi, chunki har ikkala xolatda xam moddalar aralashmasi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar orasida qayta taqsimlanadi. Gaz-suyuqlik xromatografiyasida o'tkazuvchi o'ovak material (shixta) bo'lsa, qog'oz xromatografiyasida bunday vazifani qog'oz tolalari, ya'ni sellyuloza bajaradi yoki qog'oz xromatografiyasi yuza qatlam xromatografiyasidir.

Xromatografik qog'oz yot moddalar saqlamasligi, ayniqsa og'ir metall tuzlari-texnologik jarayonlar hisobiga shimilib qolishi mumkin bo'lgan temir va mis saqlamasligi zarur. Qog'oz tayyorlashda ishlatiladigan suv (deionlangan) ionlardan tozalangan bo'lishi shart. Xatto olingan qog'oz varaqlari ishlatishdan avval qo'shimcha suyultirilgan kislota eritmasi xamda suv bilan yuvib yot moddalar qoldiqlaridan tozalanishi talab qilinadi.

Hozirgi kunda, qog'oz xromatografiyasining turli varianlari qo'llaniladi. Ulardan qo'llashga qulay usullarni tushuntiramiz.

Pastdan yuqoriga ko'tariluvchi xromatografik jarayon.

Zarur kenglik va uzunlikda qirqib olingan xromatografik qog'ozni bir uchidan start chizig'i belgilanib, u erga nuqta xolida (yoki chiziqli xolda) aniqlanuvchi namuna aralashmasi kapillyar naycha yordamida shimdiriladi va nuqta dog'i quriguncha kutiladi. So'ng qog'oz tasmasi start chizig'i tomoni bilan oldindan tayyorlab qo'yilgan, organik erituvchi sistemasi qo'yilib, uning bug'i bilan 20-30 daqiqa to'yintirilgan kameraga tushiriladi va maxsus moslama yordamida osib qo'yiladi. Qog'ozga shimdirilgan nuqta yoki chiziq erituvchilar sistemasidan tashqarida qolishi zarur. Erituvchi sistemasini saqlagan idish germetik berkitiladi va qo'zg'aluvchi faza zarur balandlikka ko'tarilguncha qoldiriladi. Bu vaqt bir necha soat yoki sutkaga cho'zilishi mumkin.

Qog'oz tolalarining kapillyar quvvati hisobiga qo'zg'aluvchi erituvchi sistemasi qog'oz tasmasi bo'ylab sekin asta shimilib yuqoriga ko'tariladi va u o'zi bilan start nuqtasiga qo'yilgan aniqlanuvchi aralashma komponentlarini ham xarakatlantiradi.

Har bir xolatda modda komponentlari aralashmasi qo'zg'aluvchi organik erituvchi fazasi va qog'oz tolalaridagi sellyulozaning gidrofillik xususiyati tufayli unda saqlanuvchi qo'zg'almas faza (suv) orasida taqsimlanish jarayoni sodir bo'ladi. Bu taqsimlanish moddani suv va organik erituvchi orasidagi taqsimlanishiga deyarli mos xolda amalga oshadi. Bunday taqsimlanish jarayoniga moddalarning sellyuloza tolalari bo'ylab adsorbsiyalanish jarayoni ham o'z ta'sirini ko'rsatadi. Natijada aralashma komponentlaridan biri qog'oz bo'ylab shimilayotgan erituvchi bilan birga tezroq xarakatlansa, boshqasi sekinroq xarakatlanadi. Ayrim moddalar umuman xarakatlanmasdan startda qolishi mumkin.

Qo'zg'aluvchi faza ma'lum masofaga ko'tarilgach, qog'oz tasmasi idishdan chiqarib olinadi, quritiladi va xromatogramma natijalari aniqlanadi.

Yuqoridan pastga tamon (vosxodyamaya) xromatografiyasi.

Qirqib olingan xromatografik qog'oz tasmasi start chizig'iga tomoniga tekshiriluvchi aralashma eritmasi mikropipetka (yoki kapillyar) yordamida tomiziladi, quritiladi va germetik idish yuqori qismiga o'rnatilgan suyuqlik solishga mo'ljallangan maxsus moslamaga osiladi. Moslamali idishga erituvchi aralashmani qo'yiladi, erituvchi sorbent vazifasini bajaruvchi qog'oz tolalari bo'ylab shimilib xarakatlanadi va qo'zg'aluvchi faza vazifasini o'taydi. Xromatografik qog'ozning modda shimdirilgan qismi erituvchi aralashmasi solingan idishga tushiriladi, ikkinchi uchi esa erkin osiltirilib qo'yiladi. Germetik idishda doimiy bir xil xarorat bo'lishi, zarur xollarda esa inert gaz bilan to'ldirilishi ta'minlanadi. Idish havosi qo'zg'oluvchi faza (erituvchi) bug'lari bilan to'yintirilganligi tufayli xromatografik tasma qo'rib qolmaydi. Qo'zg'oluvchi faza xromatografik qog'oz tasmasi bo'ylab shimilishi va pastga xarakatlanishi davomida start chizig'iga (nuqtaga) shimdirilgan modda aralashmasini yuvadi. Bunda modda aralashmasi qog'oz tasma bo'ylab turli tezlikda ya'ni qo'zg'oluvchi va qo'zg'almas faza orasida taqsimlanishi koeffitsientiga mos xolda xarakatlanadi.

Qog'oz tasmasi bo'ylab turli masofalarda joylashgan noaniq shakldagi dog'lar esa xromatogramma deb ataladi. Rangsiz dog'lar oddiy xolda qog'ozda ko'rinmasligi mumkin.

Ma'lum vaqt o'tgan qog'zoluvchi fazadan xolis bo'lgan qog'oz tasmasi rangli birikmalar hosil qiluvchi reaktivlar bilan purkaladi yoki UF-lampa nurida ko'riladiva ko'rinmagan dog'lar rangli dog'lar aylanadi. Qog'oz xromatografiyasini murakkab aralashmalarni ajratish uchun qo'llash mumkin. Ajralishni muvofaqiyatli bo'lishi qo'llanuvchi reagentlarga bog'liq bo'ladi.

Xromatogrammada ayrim doimiy bir xil sharoitlar ta'minlanganda modda komponenti uchun xarakterli bo'lgan R_f kattaligini aniqlash mumkin.

Ikkilama qog'oz xromatogrammasi varianti

Bu usul aralashmasi eng qulay (original) usul hisoblanadi. Bunda aniqlanuvchi modda aralashmasi to'rt burchak shaklidagi xromatografik qog'oz varaqning bir burchagiga nuqta xolida shimdirilgan, bir sistemada xromatogramma boshqa modda joylashishi tarkibiga asoslangan xolda ikkinchi erituvchiga boshqa qirg'og'i bo'yicha joylashtiriladi. Bunda birinchi galda olingan xromatogramma dog'lari boshlang'ich nuqta xolatida bo'lib, ikkinchi erituvchida qaytadan taqsimlanadi. Xromatografik qog'oz quritilib, so'ng aniqlovchi reaktiv purkaladi va rangli dog'lar hosil qilinadi.

Masalan: $G'e^{+3}$, So^{+2} , Mn^{+2} , Al^{+3} , Bi^{+3} , Aq^{+} ionlari aralashmasini bitta erituvchi qo'llab bir yo'la bir-biridan ajratib bo'lmaydi. Qog'zaluvchi faza sifatida butil spirti bilan HCNS aralashmasi qo'llangach SO^{+2} , $G'e^{+3}$, Cd^{+2} ionlari $R_f=0,98$ masofasida umumiy dog' hosil qiladi. Xromatografik qog'oz yonboshlatib boshqa piridin saqlagan sistemaga tushurilsa, bu ionlar bir-biridan ajraladi.

2 - $R_f=0,2$ - Mn^{+2} , Al^{+3} ,

3 - $R_f=0,8$ - Bi^{+3} , Aq^{+} kationlari dog'i

4 - $R_f=0,98$ - $G'e^{+3}$, SO^{+2} , Cd^{+2}

Birinchi start nuqtasi

Strelkalar qog'zaluvchi faza yo'nalishini ko'rsatadi.

Radikal qog'oz xromatografiyasi

Aniqlanuvchi modda aralashmasi aylana disk xolidagi xromatografik qog'oz markaziga nuqta bo'yicha qo'yiladi va shu erga osma pilik orqali qog'zoluvchi faza doimiy shimdirib turiladi. Moddalar aralashmasi aylana bo'yicha shimilib ajraladi.

Xromatogramma qog'oz radiusi bo'ylab qirqib olinadi va har bir sektor ayrim reaktivlar bilan ishlov berilib, modda aniqlanishi mumkin.

Kalonkali qog'oz xromatografiyasi

Bu usulda xromatografik taqsimlanish xromatografik qog'oz aylanmasi bo'ylab bajariladi. Aniqlanuvchi modda aralashmasi xromatografik qog'oz aylanmasi bo'ylab shimdiriladi va shu yo'sinda qog'zaluvchi erituvchi shimdiriladi. Tajriba oxirida qog'oz aylanmasi yoziladi va xromatogramma asosida har bir modda ayrim-ayrim o'rganiladi.

Qog'oz xromatografiyasini dori vositalari sifatini aniqlashda qo'llash

taqsimlanuvchi qog'oz xromatografiyasida kationlarning murakkab aralashmalarini bir-biridan ajratib, dog'larni rangli reaksiyalar asosida yoki fluoressensiyalanishi yordamida aniqlanadi. R_f qiymati element ionini induvidual taqsimlanish koeffitsenti to'g'ri proporsional taqsimlanadi. Bu maqsadda qog'zaluvchi faza sifatida 5-8% NSI saqlagan n-butanol aralashmasi so'ng ikkilamchi xromatografik jarayonni 40% suv saqlagan piridin qo'llab bir-biridan ajratib olish mumkin.

Qog'oz xromatografiyasi ayrim dori moddalarni tabiiy ma'nbalaridan ajratib olishda, sanoat sharoitida ajratib olingan moddalarni (rutin, fitin) sofliqini aniqlashda qo'llaniladi. Bu usul yordamida glikozidlarning tozaligi aniqlaniladi (selanid, digitoksin, kortizon). Glikozidlar uchun aniqlanish sezgirliqi 4 mkg atrofida. Glikozidlar tashqi muhit ta'sirida o'zgarishlarga uchraydi, parchalanadi. Shuning uchun ularning sofliqi aniqlash aktual ahamiyatga ega.

Qog'oz xromatografiyasini organik va neorganik moddalar sifatini va miqdorini aniqlash uchun qo'llash mumkin.

“Ko'k tasma” (siniy lenta) deb nomlanuvchi maxsus xromatografik qog'oz yordamida radiaktiv moddalarni aniqlash va bir-biridan ajratish mumkin.

Elektroxromatografiya

Elektroxromatografiya turi suvli eritmalarida ionlarga dissotsialanuvchi noorganik moddalarni ionlarini siljishi xolatiga asoslangan holda qo'llaniladi.

17-MA'RUZA. XROMATOGRAFIK SORBENTLAR, ULARNING XARAKTERISTIKASI. SORBSIYA PROSESSINING NAZARIY ASOSLARI.

Ma'ruza rejasi:

- 1) yutuvchi sorbentlar, ularga qo'yiladigan talablar.
- 2) aktivlangan ko'mir.
- 3) silikagel.
- 4) alyuminiy oksid.
- 5) seolitlar.
- 6) xemosorbentlar.
- j) ion almashuvchi sorbentlar
- z) sorbsiya protsessining nazariy asoslari.

Tayanch so'z va iboralar: *sorbent, seolit, silikagel, sorbsiya, adsorbsiya, xemosorbsiya.*

Shimuvchi – sorbentlarning sorbsiya texnologiyasida, ya'ni xromatografiyada qo'llaniladigan sorbentlar quyidagi talabalarga javob bershi kerak. Eng avvalo ularni ishlab chiqarish maxalliy hom ashyoga asoslanishi va iqtisodiy foyda keltirishi zarur.

Sorbentlar maksimal shimuchanlik xususiyatiga ega bo'lishi kerak, bu shimilgan modda mg yoki mg/mol miqdori bilan ifodalanadi va shimuvchining hajm o'lchami - sm^3 bilan belgilanadi.

Sorbent: 1. Qo'llanilayotgan muhitga nisbatan barqaror bo'lishi kerak; 2. Mexanik mustahkam bo'lishi zarur; 3. Kimyoviy inert bo'lishi lozim.

Bunday talablarga sanoqli sorbentlarga javob beraoladi. Xozirgi paytda aktivlangan ko'mir, silikagel, alyuminiy oksidi, seolit va ba'zi bir minerallar – selluloza va ionalmashuvchi smolalar keng qo'llaniladi. Ularni ayrimlari bilan tanishamiz.

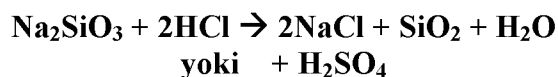
Aktivlangan ko'mir

Aktivlangan ko'mir olish uchun xom ashyo sifatida yog'och va toshko'mir ishlatiladi. Aktivlangan ko'mir olishni hamma usullari bir maqsadga – yuzasi yaxshi rivojlangan, serg'ovak va mexanik mustahkam material olishga qaratilgan.

Aktivlangan yog'ochdan olingan ko'mir tuzilishi va xususiyatlari xom ashyoning kelib chiqishiga bog'liq. Yog'ochning zichligi qanchalik yuqori bo'lsa, undan shunchalik mayda g'avakli aktivlangan ko'mir olinadi.

Ko'mirlarni xossalari ko'p jihatdan aktivlashtirish shart-sharoitiga bog'liq. Haroratni aktivlashtiruvchi agent va vaqtni o'zgartirib har xil tuzilish va aktivlikka ega bo'lgan ko'mir olish mumkin. Aktivlangan ko'mir – gidrofob sorbent hisoblanadi va gaz, bug' hamda erigan moddalarni sorbsiyalaydi.

Silikagel – quritilgan jelatinsimon kremniy oksidi yoki kremniy kislotasining quruq geli. Silikagel sintetik sorbent bo'lib, uni quyidagi reaksiya bo'yicha olinadi.



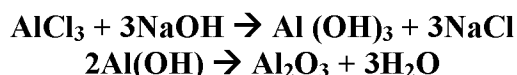
Kremniy ikki oksidi dastlab kolloid eritma shaklida bo'lib, so'ng jelatinisimon quyuqlashadi. Ivib qolgan elastik bo'laklarini oqib turgan suvda yuviladi (NaCl yoki Na₂SO₄dan tozalash uchun). Keyin ularni quritib maydalanadi va qizdiriladi.

Silikagel – ko'mir kabi, gaz, bug' va eritilgan moddalarni sorbsiyasida ishlatiladi. Ammo ko'mirdan farqi, suvli eritmalarga yaroqsiz, chunki o'zi suvda ho'llaniladi.

Silikagel – gidrofil (suvda yaxshi xo'llanuvchi), ko'mir esa gidrofob sorbentdir. Silikagel va shunga o'xshash mineral sorbentlarning gidrofillik xususiyatidan havoni quritishda, benzin, kerosin, moylarni suvsizlantirishda foydalaniladi.

Silikagel sharsimon granular shaklida olinishi mumkin.

Alyuminiy oksidi – quyidagi reaksiya bilan olinadi:



Oxirgi jarayonni yuqori haroratda olib boriladi (alyuminiy gidroksidi qizdiriladi). Bunda qorsimon oppoq, kukun shaklida alyuminiy oksid hosil bo'ladi. Uni Cl ionidan suv bilan yuvib tozalanadi, quritilib yana qizdiriladi. Bu sorbent suyuqlik xromatografiyasida, ayniqsa rangli moddalar bilan ishlayotganda qo'llaniladi. Alyuminiy oksidi silikagelga o'xshagan muntazam g'avakchalarga ega emas, chunki u cho'ktirish yo'li bilan olinadi. Silikagel kabi u ham gidrofildir.

Seolitlar – umumiy formulasi:



bo'lgan alyumosilikatlar bularda: **Me, Sa, Na ba'zan Ve, Sr, K**

E, Si yoki Al bo'ladi.

Tabiiy neorganik siolitlarni kamchiligi:

1. Kichik hajmli
2. Kam kimyoviy turg'un
3. Mexanik chidamligi kuchsiz.



Tabiiy siolitlarga shabazit – stilbit (**NaCa**) [**Si₂Al₂O₁₆**] · 6H₂O

Sintetik neorganik siolitlar: **Al₂O₃ .nSiO₂ mNaO . pH₂O** ularni hajmi kichik, shuning uchun kam foydalaniladi.

Bu birikmalarda g'avakli kristallik tuzilishning o'ziga xos xususiyatlari bor. Jumladan ular sorbsiya jarayonida o'ziga muvofiq ravishda tanlab ajratish qobiliyatiga ega, shu sababli siolitni olish usulini o'zgartirib sorbsiyani boshqarish mumkin. Xususan kristallar g'avakchalarini katta – kichikligi alyumosilikatdan natriy ioni qaysidir boshqa metall ionlari bilan almashtirilgani bilan bog'liq. SHu xususiyatlari sababli keyingi vaqtda siolitlar keng qo'llanilmoqda.

Texnikada seolitlar – asosan gazni quritishda qo'llaniladi. Seolit olish uchun natriy gidroksidi, silikat va natriy alyuminat aralashtirilib, gel tayyorlanadi. 100⁰S – da gel kristallanadi. Olingan kristallik kukunini filrda suv bilan yuviladi. Biriktiruvchi modda bilan aralashtirib – loysimon maxsulotga granula shakli beriladi, 600⁰S da qizdirilgach, sorbent tayyor bo'ladi.

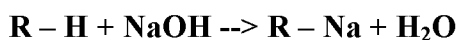
Xemosorbentlar – toza va aralashtirilgan holda, (massiv xemosorbentlar), shuningdek g'ovakli asosga qoplangan holda qo'llaniladi. Birinchi turga natron oxak – Sa va Na – gidrooksidlar aralashmasi, (nordon xususiyatga ega uglerod ikki oksid va vodorod xlorid kabi) gazlarni shimuvchi sorbent sifatida qo'llaniladi. Moddalarni shimilishi zarralarning yuzasidan boshlanib, so'ng ichkarisiga o'tadi. Bunda reaksiya sekinlashadi, chunki shimilayotgan modda hosil bo'lgan qavatdan o'tishi kerak. Reaksiya shunchalik sekinlashishi mumkinki, xattoki sorbent eskirgan deb hisoblanish

mumkin bo‘ladi. Bunday sorbentlarni olish texnologiyasi oddiy: g‘ovakli asosni reagentlar eritmasi bilan bo‘ktiriladi yoki sepiladi, so‘ng erituvchi porlatiladi.

Ionalmashuvchi sorbentlar

Bularga suvni yumshatishda qo‘llanadigan tabiiy sorbent glaukonit qumi kiradi. Ammo glaukonit qumning jiddiy kamchiligi bor: shimish qobilyati yoki almashish hajmi nisbatan past, yana bir kamchiligi ionalmashish jarayonida sorbentda hosil bo‘lgan tuzlar eritmaga o‘tib, taxlilga xalaqit beradi.

Texnikada sun‘iy ionalmashuvchi sorbentlar qo‘llaniladi, chunki ular tabiiylarga nisbatan shimilish hajmi ancha yuqori va faqat kationlarni emas, anionlarni ham almashadi. Bunday sorbentlarga sulfa – ko‘mir kiradi. Ushbu sorbent qora rangli yaltiroq har xil shaklga ega zarrachalardan iborat bo‘lib, antratsitni eslatadi. Uni yarim sun‘iy maxsulot deyish mumkin, chunki tabiiy xom ashyodan olinadi. Sulfo-ko‘mir yog‘li toshko‘mirdan olinadi, ularga kuchli sulfat kislotasi bilan yuqori haroratda ishlov beriladi. Toshko‘mirning organik moddasi bunday ishlov berilgach, - SO₃H – gruppasini biriktiradi va undagi vodorod qo‘zg‘aluvchandir. Ana shu ion metall ioniga almashish xususiyatiga ega.



Sun‘iy ionalmashuvchi materiallar, ionitli smolalar, polimerizatsiya yoki monamerlar kondensiyasi yordamida olinadi.

Tayyor polimerga ionalmashish xususiyatlarni kimyoviy ishlov berib sitez jarayoni bilan hosil qilinadi. Bunday ionalmashuvchi smolaning bo‘lagi yaqqol ifodalanuvchi nordon yoki ishqoriy xususiyatga ega, makromolekuladan tuzilgan murakkab agregatdir. Ba’zi bir hollarda (kationit) smolaning har bir molekulasini juda katta, qo‘zg‘almas, erimas almashinuv reaksiyaga kirishish xususiyatga ega, vodorod ionlari (N) bilan bog‘langan anion sifatida ko‘rish mumkin.

Bunday molekulaning agregati kationit – smolaning (K) zarrasini tashkil qiladi. Vodorod ioni nafaqat zarraning yuzasida bo‘ladi, balki uning tuzilishi hajmiga ham kiradi. Ionalmashuvchi smolaning zarrasi suvda shishadi, boshqacha qilib aytganda suv zarraning tuzilishiga kiradi, bu bilan ionalmashuvchi turkumlarda vodorod atomini butun hajmda ionlaydi va ular o‘rniga zarralar ichiga kiruvchi metall ionlari o‘rnashadi. SHuni bilish zururki, ionalmshuvchi smola zarrasi ko‘mir yoki silikagel kabi qattiq g‘avakchalarga ega emas. Suv bilan metall ionlari smola zarrasiga polimer molekulasini surib, (jelatina kabi) kirib oladi. Suv qattiq suyuqlikda erigani kabi ionalmashuvchi smolada eriydi. Tarkibida gidroksil bo‘lgan smolalar haqida ham xuddi shunday fikrni aytish mumkin. Bu tuzilishda katta qo‘zg‘almas smolaning molekula kationi bo‘lgan va u bilan bog‘langan almashinish xususiyatiga ega ON guruhlarini saqlagan molekular – anionitlardir (A).

KU – 1 kationiti. Xom ashyo sifatida sintez uchun sulfo – fenol va formaldegd ishlatiladi.

Bu jarayonda ko‘p sulfofenol va formaldegid molekularlari qatnashishi mumkin. Sulfoguruxdagi vodorod ioni qo‘zg‘aluvchandir. Hosil bo‘lgan smola-kationalmashuvchidir. Sopolimer suv bilan birikib KU-2 kationiti hosil bo‘ladi.

Kationit KU-2. Bu kationit sopolimerizatsiya usuli bilan olinadi. Xom ashyo sifatida stirol va divinilbenzol ishlatiladi.

Stirol molekulasini divinilbenzolning har bir sonli molekulasini bilan birikishi mumkin. YA Ionitning xususiyatlari birikkan molekular soniga bog‘liqdir. Qancha ko‘p molekula birikkan bo‘lsa, smola shunchalik muskammal hisoblanadi.

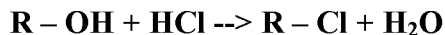
Sulfoguruxi bo‘lgan kationitlar sulfokislotali kationitlar deyiladi. Karboksil va gidroksil gruppali kationitlar bor. Xozirgi paytda turli xil kationitlar ishlab chiqariladi.

Kationitlar	Aktiv gruppallari
KU-1, KU-2, SDV-3	-SO ₃ H
RF, KF-1, KF-4	-PO ₃ H ₂
AR	-AsO ₃ H ₂
KU-6, KVVU-1	-SO ₃ H - COOH
KFU	-COOH, -OH

Sun'iy usullarda olingan qattiq, yaltiroq, och rangga ega bo'lgan zarralar anionalmaquvchi smolalar, polimerlarni aminlashtirish yo'li bilan olinadi.

AV-17 anionitni tayyorlashda stirok va divinilbenzolning xlormetilli sopolimeri ishlatiladi. Bu polimerni aminlashtirib anionit olinadi.

Anionit kislotalar bilan ham reaksiyaga kirishishi mumkin.



AV-17 – anionit kuchli asos xossali hisoblanadi. Polimer moddalarga har xil aminogruppalarni kiritib, aktiv gruppasi dissotsiala nish darajasi turli bo'lgan ionitlar olinadi.

Anionitlar	Aktiv gruppalar xususiyati	
AV-17	AV-20	- N - (R) ₃ kuchli
AN-2F	= NH	kuchsiz
AN-1	- NH ₂ , N=	kuchsiz
EDE-10P	=NH =N - N (R) ₃	juda kuchsiz

Sorbsiya protsessining nazariy asoslari

Sorbsiya statika, kinetika va dinamikasiga ega. Statika sorbsion jarayonning tenglik xolatini tadqiq etadi yoki boshqacha qilib aytganda ma'lum bir haroratda va bosimda sorbent hajmi yoki birligi tomonidan shimilgan modda miqdorini aniqlaydi. Namunaning adsorbsion hajmi millimol/gramga, mg/g ga yoki mg/sm³ tengliklar bilan izoxlanadi.

Sorbsiya kinetikasi – sorbsion jarayonning tezligini tadqiq etadi. Mazkur kinetik tadqiqotlar sorbentli tuzilishini aniqlaydi, uning xossalarini va gruppalarini sorbsiyalanuvchi moddaga qanchalik yaqinligini ko'rsatadi. Sorbsiya tezligi haroratga bog'liq. U qancha yuqori bo'lsa, sarflanayotgan modda molekulari sorbent yuzasiga shunchalik tez uriladi, shimilish tezligi katta bo'ladi. SHunday qilib sorbsiya tezligi diffuziya tezligiga bog'liq. CHunki sorbsiya akti ani q bir laxzada tezda yuz beradi. Diffuziyaning tezligi esa modda konsentratsiyasining ichki yuzasiga tegib turgan qavati va tashqi eritmaga qaragan qavatidagi o'zgarishiga bog'liqdir.

Bu holat matematik ifodasi quyidagicha bo'ladi.

$$- dm/dt = DS \frac{C - C_0}{O}$$

-dm/dt – moddaning etkazilish tezligi,

D – difuziya - koeffitsenti

S – difuziya borayotgan (maydon) yuza

C - C₀ – modda konsentratsiyasi qavatining qalinligiga nisbatan o'zgarishi

O – qatlam qalinligi

S – eritma konsentratsiyasi

S₀ – sorbentni yuzadagi konsentratsiyasi

(-) – adsorbsiya jarayonida diffuziya tezligi tobora kamayib barayotganini ko'rsatadi.

Diffuziyani to'xtatuvchi faktorlardan biri bu tashqi diffuziya, moddani tashqi muhitdagi negiziga kirishish deyiladi. Agar sorbent g'avaklariga shimuvchi modda, ion va molekular kirishsa, (ya'ni diffuziyani sekinlashtiruvchi faktor), ichki diffuziya paydo bo'ladi. Sarflangan modda sorbentning aktiv joylariga juda murakkab kapillyar va g'avaklar sistemasi orqali kirib boradi xamda diffuziya sekinlashadi va ko'p vaqtni talab etadi.

Sorbsiya jarayoni sorbent zarrasida uch bosqichda sodir bo'ladi:

1) tashqi diffuziya,

- 2) ichki diffuziya
- 3) sorbsiyaning ayni o'zi, sorbsiya bir laxzada yuz beradi.

Lekin birinchi ikkala bosqich sorbsion jarayonining dinamikasida katta ahamiyatga ega.

Sorbsiya jarayonini amalga oshirish juda oson. Gaz sorbsiyasini sorbentning hajmiy usuli yordamida sorbsion xususiyatini o'rganishda qo'llaniladigan asbobda o'tkaziladi. Gazda eritilgan moddaning sorbsiyasi tadqiq etilayotgan bo'lsa, shisha idishga sorbentning ma'lum bir miqdorini eritma bilan qo'shiladi, unda esa sorflanغان modda ma'lum konsentratsiyada bo'ladi. Ammo sorbentning tagida, uning yuzasidagi eritmada sorflanayotgan modda kamayib ketadi va jarayon juda sekin o'tadi. SHu sababli uni aralashtirib turish zarur. Bu bilan jarayonni tezlashtiriladi.

Dinamik sharoitda sorbsiyani quyidagicha tadqiq etiladi. Tikka turgan nay ustunini sorbent zarrachalari bilan to'ldiriladi. Ustunning tepa qismiga gaz xolatidagi modda yuborilib, uni ustundagi sorbent qavatidan o'tkaziladi. Gazni sorbentdan o'tish jarayonida sarflanayotgan modda unda qoladi va gaz tashuvchi toza xolda ustundan chiqadi. Bu xolat sorbent sarflanayotgan modda bilan to'yinmaguncha davot etadi.

Sorbentning to'la to'yingan va boshqa ishlamayotgan qavati ishlab bo'lgan qavatidir, hali modda sarflanayotgan bo'lsa, ishlayotgan qavatdir. Ishlab bo'lgan qavatda shu haroratda va shimilayotgan moddaning shu konsentratsiyasida modda bo'lmaydi. Ishlayotgan qavatning yuzasi bo'ylab sarflanayotgan moddaning konsentratsiyasi kamayib boradi toki-nolgacha.

Sorbsiyaning tezligi chegaralangandir. Agar sorbsiya tez o'tsa, uning egri chizig'i keskin to'xtab qolar edi. Tajriba boshlanishidan to to'xtaguncha o'tgan vaqt ximoya harakat vaqti deyiladi. Ximoya harakat vaqti va qavatning qalinligi orasida bog'liqlik bor. Buni tajribada ko'rish mumkin. Ustunlarga har xil balandlikda sorbentlar solib, bu qavatlarni ximoya harakat vaqtini aniqlaymiz. Absiss o'qida qavatlarni qalinligi belgilanadi. Ordinats chizig'iga sorbsiyani to'xtash vaqti qo'yiladi va grafik tuziladi.

$$Q = KL$$

K – ximoya harakati koeffitsienti yoki 1sm qalinlikdagi sorbentning himoya harakat vaqti daqiqada u burchak tangenisiga tengdir.

Sorbsiya

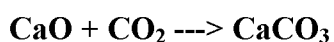
Sorbsiya – gaz, bug' va eritilgan moddalarni qattiq va suyuq shimiluvchilar va shimilinishi.

Adsorbsiya – moddalarni qattiq yoki suyuq jismning ustki qatlamiga shimilinishi. Ba'z maxsus tayrlangan serg'ovak adsorbentlarning yuzas juda katta bo'ladi (bunda tekislikda yoyilgan mayda g'avakchalar yuzasini ko'z odingizga keltiring). Protivogazlarda qo'llanadigan serg'ovak ko'mirning yuzasi 600 – 1000m² ga etadi.

Absorbsiya – gaz, bug' va eritilgan moddalarni qattiq yoki suyuq fazaning butun hajmiga shimilinishi.

Qattiq jismning absorbsiyasini klassik misoli sifatida metallarga gazning shimilinishini keltirishimiz mumkin. Qattiq palladiy metalining bir hajmi 400 hajm vodorodni shimadi. Qizdirganda esa yana toza xolda shuncha hajm vodorodni ajratib olish mumkin. Gazlarni suvda eritilgan xamma xolatlarida jumladan gazli suvda ham, absorbsiya kuzatiladi.

Xemosorbsiya – moddalarni qattiq yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikmalarini hosil qilib, shimilishi. Ma'lumki so'ndirilgan oxak havodan uglerod ikki oksidini shimib, kalsiy karbonat hosil qiladi.



Kapillyar kondensatsiyasi

Modda porlarining qattiq sorbent g'avakchalarida surilishi va suyuq faza hosil bo'lishi. Ravshanki, kapillyar kondensiyasi faqat g'avakchalar mavjud bo'lganda va gazlar uchun kritik haroratdan past sharoitda kuzatilishi mumkin.

Yuqorida keltirilgan sorbsiya turlari hech qaysisi sof ko'rinishda uchramaydi. Ko'pincha ikki yoki undan ko'p turlari birgalikda uchraydi. Adsorbsiya-xemosorbsiyani va kapillyar kondensatsiyaning birinchi pog'anasidir, adsorbsiya – gazni suyuqlikni shimilishi jarayonini kimyoviy reaksiyalar bilan birga kechishi mumkin.

Qattiq moddaning yuzasidagi xossalari moddaning ichki (metall bo'lagi ichidagi, plasmassa, shisha, kristall ichidagi) xossalardan farq qiladi. Jumladan, qo'rg'oshinning hozirgina kesilgan bo'lagi vaqt o'tishi bilan qarayadi, oksidlar bilan qaplanadi – asta sekin kechadigan sorbsiya. Kaliy va natriy metallarining tashqi ko'rinishi kesilgan vaqtdayoq o'zgaradi – tez sorbsiyalanish jarayoni.

Agarda shisha yoki kristallining katta bo'laklarini germetik yopiq tegirmonda maydalansa, undagi bosim pasayadi, chunki havo yangi hosil bo'lgan yuzalarga shimiladi. Ana shunda yuza ta'sir kuchlari harakatga keladi.

Sorbent yuzasida gaz molekulalari qancha uzoq tursa adsorbsiya shuncha ko'p bo'ladi.

Agar yuzaga kelayotgan modda ajralayotgandan ko'p bo'lsa, adsorbsiya kuchayadi. Agarda ular teng bo'lsa, adsorbsion tenglik holati vujudga keladi. Gaz uonsentratsiyasi ortishi bilan adsorbsiyaning ko'payishi Lengmyur tenglamasi bilan ifodalanadi.

$$A = \frac{WCL}{WC}$$

A – adsorbsiyalanish xossasi

LW – sorbentga gazni shimilish xususiyati.

C – gazni konsentratsiyasi.

Kichik o'lchamlarda adsorbsion jarayon to'g'ri proporsiyaga ega katta o'lchamlarda u o'zgarmaydi. SHimilayotgan gazni konsentratsiyasi bilan adsorbsiyaning bog'liqligini ko'rsatuvchi barqaror bosim va adsorbsion tengdan hosil bo'lgan, egri chiziqni adsorbsiya izotermasi deyiladi. Har bir adsorbentning o'ziga xos izotermasi bo'ladi, uni sorbentlarning adsorbsion xususiyatini belgilovchi asosiy xossasi deb tushiniladi.

Ikkita sorbent xususiyatlarini bir-biri bilan taqqoslab ularni adsorbsion xususiyatlari haqida xulosa qilish mumkin. Masalan: A – sorbent, V – sorbentdan sifat bo'yicha yomonroq, chunki bir xil bosimda u 3 marta kam gaz shimadi.

Sorbentning adsorbsion xususiyati hajmiy va og'irlik usullari yordamida aniqlanadi va tahlil qilinadi.

Hajmiy usul

Maxsus shmsha idishga adsorbent ma'lum bir o'lchamda solinadi. Idishdan manometr nol ko'rsatguncha havo tortib olinib, vakuum hosil qilinadi. So'ng kran orqali idishga gazning aniq o'lchangan qismini kiritiladi va monometrdagi bosimni o'zgarishi kuzatiladi. Idishni hajmini bilib, turib Mendelev-Klaypeyron tenglamasi:

$$pV = nRT$$

yordamida, adsorbent bo'lmaganda shu gaz hosil qiladigan bosim aniqlanadi. Bosimni o'lchab turib, sistemada qolgan gaz hajmini aniqlash mumkin. Ularning farqi adsorbsiyalangan gazni miqdorini ko'rsatadi.

SHunday qilib, adsorbsiya-ma'lum bo'lsa va unga tegishli bosim aniq bo'lsa, izotermaning bir nuqtasi aniqlab olinadi.

Og'irlik usuli

Uzun shisha idishda sezuvchan spiralsimon kvvars toladi likopcha osilgan, u likopchada ma'lum miqdorda sorbent bor. Bu maxsus juda sezgir purjinali tarozdir. Likopchaga qo'shilgan og'irlikni hisoblovchi shkaladagi o'zgarishi mikroskop yordamida kolibrangan kvvars prujinaning uzayishi bilan aniqlanadi. Jo'mrak orqali aniq hajmli gazni chiqarib, manometrdan bosimni va moddaning

hajmini prujina tarozi orqali aniqlanadi va shunday qilib adsorbsion izotermasi tuziladi. Harorat ko'tarilganda gaz molekulalari ko'proq kinetik energiyaga ega bo'ladi va sorbent yuzasidan engilroq ajraladi, chunki yuza kuchlar ta'siri maydondan ajraladi.

Harorat adsorbsiya kuchayadi. Adsorbsiyaning tezligiga sorbent yuzasining tuzilishi ta'sir qiladi. Gaz molekulalariga sorbent yuzasi qanchalik yaqin bo'lsa, shimilish jarayoni shunchalik tez bo'ladi. Silliqlik yuzada, oyna, metall kristallarida adsorbsiya tez boradi. G'ovakchalarda sorbsion tezlik sekin vujudga keladi. Agar ikkita bir xil sorbsion hajmli, lekin har xil g'ovakchalarga ega bo'lgan sorbentlar uchun shimilgan modda miqdori vaqtga bog'liqligini ko'rsatuvchi grafik tuzilsa, bunda katta g'ovakchalarga ega bo'lgan sorbentni sorbsion tezligi ancha yuqoriligi va sorbsion tenglik yuzaga kelishini ko'rish mumkin.

Xromatografik tajribalarda adsorbsiyaning boshqa turlari – xemosorbsiya va kapillyar kondensatsiyasi ham kuzatiladi.

Adsorbsiyada jumladan, gazga shimilgan eritmaga va agar suyuqlik bilan gaz reaksiyaga kirishmasa bosimga bog'liq:

$$R=CSH$$

R – bosim,

C – gazni eritmada erigan konsentratsiyasi

CH – bog'liqlik koeffitsienti.

Gazni suyuqlikka shimilgan konsentratsiyasi eritma ustidagi bosimga to'g'ri proporsional. Agar sistemada bir necha gaz bo'lsa, ular o'zlarining aralashmadagi porsial bosimiga mos holda eriydi.

Gazlar har biri o'z hossalari qarang eruvchanligi har-xil bo'ladi.

Masalan: o'zgarma xil harorat va bosimda suvda 5% kislorod va 2% vodorod mavjud.

Agar S_s – gazni suyuqlikdagi konsentratsiyasi bo'lsa, S_{ch} – gazni suyuqlik ustidagi konsentratsiyasi bo'lsa, K – taqsimlanish koeffitsienti tengligi quyidagi formula bilan ifodalanadi.

$$K=S_s/S_{ch}$$

Qattiq sorbentlarga gazni suyuqlik tomonidan shimilish tezliklari ularni yuzasi ortishi bilan oshadi.

Absorbsion gazning eruvchanligi harorat ko'tarilishi bilan kamayadi. Genri qonuniga binoan adsorbsiyada gaz bosimi pasayishi bilan eruvchanlik kamayadi.

Adsorbsiyada past harorat va yuqori bosim qulay sharoit bo'lib xizmat qiladi.

Xemosorbsiyada shimiluvchi modda va sorbent kimyoviy birikadi. Xemosorbsiya adsorbsiyadan holda qaytmas jarayondir. Xemosorbsiyada sorbentga shimiladigan moddaning konsentratsiyasidan qat'iy nazar, faqat kimyoviy birikma gazni xemosorbentga shimilishiga to'sqinlik qiladi. Ion almashinishi jarayonini ham xemosorbsiyaga talluqli deyishi mumkin. Hozirgi vaqtda texnologiyada sintetik ionalmashuvchilar – ionalmashuvchi smolalar yoki ionitlar keng qo'llaniladi. Ular organik polimer moddalar bo'lib, makromolekulalarga ionli atom yoki ionalmashish xususiyatiga ega bo'lgan atomlar joylashgandir.

Sorbsiyaningoxirgi turi kapillyar kondensatsiya deb nomlanadi. Suyuqlik ustidagi bug' molekulalarini ta'sirini ikkita ko'rinishini izohlaydi. Agar molekulalar to'g'ri yuzada bo'lsa, ularni kamroq kuch ushlab turadi. Yuza yassi bo'ls, molekulalarni ajratib olish qiyinroq. Suyuqlik ustidagi bug' bosimini pasayishi uning yuzasi yassi bo'lganligi tufaylidir. Bug' bosimining pasayishi sistemada bug'ni kondensatsiyasi vujudga keltiradi. Demak, yassi yuzali suyuqlik ustida to'yingan bug' kondensatsiyasi ro'y beradi.

Suyuqlik yuzasining yassilik darajasi kapillyar radusi va suyuqlik kapillyar ichki devorlarini qanchalik qo'llashiga bog'liq. Yassi yuzali suyuqlik ustidagi to'yingan bug' bosimi va yassilikni radusi orasida Kelvin tenglamasi bilan ifodalanadi:

$$R=20 \quad V \cos O/RT \lg Ph/p$$

O,O,V – suyuqlikni xossalari bilan bog‘liq kattalikdir.

R – kapillyar radiusi.

P – yassi yuza ustidagi to‘yingan bug‘ bosimi.

Rh – to‘g‘ri yuza ustidagi to‘yingan bug‘ bosimi.

Yassi yuzaning radiusi qanchalik kam yoki kapillyar qanchalik ingichka bo‘lsa, shunchalik uning ustidagi bosim past. Bu qavatning qalinligi bosim, harorat va adsorbentning tabiatiga bog‘liq.

Kapillyar kondensatsiyasi sorbsiyaning oxirgi jarayoni bo‘lib, u quyidagi hollarda ro‘y beradi.

a) sorbent g‘ovaksimon bo‘lganda.,

b) harorat ushbu gaz uchun kritik bo‘lganda

v) suyuqlik kapillyar devorlarini qo‘llaganda

Sorbsiyalangan moddaning ko‘p qismi kapillyar kondensatsiyaga sorflanadi. SHu sababli u gazlar aralashmasini ajralish va shimilish jarayoni texnologiyasida muhim omil hisoblanadi.

Sorbsiya statika, kinetika va dinamikasiga ega. Statika sorbsion jarayonning tenglik xolatini tadbiz etadi yoki boshqacha qilib aytganda ma‘lum bir harorat va bosimda sorbent hajmi yoki birligi tomonidan shimilgan modda miqdorini aniqlaydi. Bu xolatda bu tenglikning oxirgi ahvoli bizni qiziqtiradi. Biz namunining adsorbion hajmi millimol/gamga, mg/g ga yoki mg/sm³ teng deymiz.

Sorbsiya kinetikasi – sorbsion jarayonning tezligini tadbiz etadi. Mazkur kinetik tadqiqotlar sorbentni tuzilishini aniqlaydi, uning xossalari va gruppalarini sorbsiyalanuvchi moddaga qanchalik yaqinligini ko‘rsatadi. Sorbsiya tezligi haroratga bog‘liq. U qancha yuqori bo‘lsa, sarflanayotgan modda molekulari sorbent yuzasiga shunchalik tez uriladi, shimilish tezligi katta bo‘ladi. SHunday qilib sorbsiya tezligi diffuziya tezligiga bog‘liq. CHunki sorbsiya akti lahzada yuz beradi. Diffuziyaning tezligi esa modda konsentratsiyasining ichki yuzasiga tegib turgan qavati va tashqi eritmaga qaragan qavatidagi o‘zgarishiga bog‘liq.

Bu xolat matematik ifodasi quyidagicha bo‘ladi:

$$\frac{dm}{dt} = \frac{C-Co}{D S} \quad \text{-----}$$

dm/dt –moddaning etkazilish tezligi

D – diffuziya koeffitsenti

S – diffuziya yuz berayotgan maydon

C-Co – **modda konsentratsiyasining qavatning qalinligiga nisbatan o‘zgarishi.**

S – eritma konsentratsiyasi

So – yuzadagi konsentratsiya

(-) – adsorbsiya jarayonida diffuziya tezligi tobora kamayib borayotganini ko‘rsatadi.

Diffuziyani tormozlovchi faktorlardan biri bu tashqi diffuziya, moddani tashqi muhitdagi negiziga kirishish deyiladi. Agar sorbent g‘ovaklariga shimuvchi modda, ion va malekular kirishsa, (ya‘ni diffuziyani sekinlashtiruvchi faktor), ichki diffuziya paydo bo‘ladi. Sarflangan modda sorbentning aktiv joylariga juda murakkab kapillyar va g‘avaklar sistemasi orqali boradi va diffuziya sekin bo‘ladi va ko‘p vaqt talab etadi.

18-MA‘RUZA. YUPQA QATLAM XROMATOGRAFIYASI, UNING USLUBIY ASOSLARI. MUSTAHKAMLANGAN VA MUSTAHKAMLANMAGAN SORBENTLAR YORDAMIDA XROMATOGRAFIK TAHLILLAR.

Ma‘ruza rejasi:

1. Yupqa qatlam xromatografiyasi va unga qo‘yiladigan talablar.

2.Sorbentlar, mustahkamlangan va muskahkamlanmagan yopishtirilgan va yopishtirilmagan sorbentli plastinkalar.

3. sorbentlarni aktivlik darajalarini aniqlash.

4. Yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlash va tekshiriluvchi moddalar namunalarini plastinkaga o'tkazish.
5. xromatogrammani bajarish, xromatogrammadagi moddalarni yig'ilgan joylarini aniqlash.
6. ayrim dori turlarini aniqlashda yupqa qatlam xromatografiyasini qo'llanilishi.

Tayanch soʻz va iboralar;*Xromatogramma, Sorbentlarning aktivligi, plastinka, mustahkamlangan va mustahkamlanmagan qatlamlar.*

Yupqa qatlamli xromatografiyaning uslubiy asoslari. Mustahkamlangan va muskahlamlanmagan qatlamlar

Yupqa qatlamli xromatografiya uch yoʻnalishda qoʻllanadi:

- 1) moddalar va aralashmalarning sifat tahlili uchun,
- 2) moddalar aralashmasining miqdoriy tahlili uchun,
- 3) har bir komponentni preparativ ajratish uchun.

Yupqa qatlamli xromatografiyani o'tkazish bir necha bosqichda kechadi:

- a) yupqa qatlamli plastinkani tayyorlash,
- b) namuna eritmalarini tayyorlash,
- v) namuna eritmasini yupqa qatlam plastinkasiga o'tkazish,
- g) xromatografik ajratishni amalga oshirish,
- d) xromatogrammadagi dog'larni aniqlash,
- e) ajratish natijalarni izoxlash va xromatogrammalarni (ishchi daftarga) qayd etish.

Bu bosqichlarni amalga oshirish uchun laboratoriya stoli, kerakli o'lchamlarda oyna, plastinkalar va zarur sorbentlar (yoki tayyor firma plastinkalari), mikropipetkalar, xromatografik ajratishni plastinkada o'tkazish uchun kamera, modda yig'ilgan joyni ko'rsatuvchi reaktivni sepish uchun purkagich, havoni yangilash shkafi va plastinkalarni quritish uchun qurituvchi shkaf zarur.

Yupqa qatlamli xromatografiya qilishda asosan ikki xil yopishtirilgan va yopishtirilmagan qatlamli plastinkalar qo'llanadi.

Mustahkamlangan (yopishtirilgan) qatlamli plastinkalar, ularga maydalab elangan xromatografik materiallarni suvda yoki organik erituvchidagi suspenziyasini quyib tayyorlanadi. Suspenziyaga odatda yopishtirish uchun bog'lovchi moddalar qo'shiladi. Agar bog'lovchi sifatida olingan modda tahlil natijalariga ta'sir qiladigan bo'lsa, unda bog'lovchi qo'shilmaydi.

Muskahlamlanmagan (yopishtirilmagan) qatlamli plastinkalar quruq sorbentni plastinka yuziga bir xil qalinlikda yotqizilish yo'li bilan tayyorlanadi. Har ikki xil xromatografik qatlamlar bir vaqtda qo'llana boshlandi. Yopishtirilmagan qatlamli plastinkalarning afzalligi shundaki, uni oddiy moslamada tez va oson tayyorlash mumkin.

Yopishtirilgan qatlamli plastinkalar oldindan tayyorlab qo'yish imkoniyati, ehtiyot choralari talab qilmasligi va ularda xromatogrammalarni aniqlash osonligi bilan laboratoriya texnikasining ajralmas qismi bo'lib qoldi. Ularni eng muxim afzalliklari, moddalarni ajratish qobiliyatining yuqoriligidir.

Xromatografik sorbentlar

Silikagel va alyuminiy oksidi eng universal-turli xildagi birikmalarni ajratish qobiliyatiga ega bo'lgan sorbentlardir. Ular keng tarqalgan, arzon va ajratish qobiliyati kuchlidir. Ushbu sorbentlarni faolligini rN-muxitni, mayda-yirikligini o'zgartirib boshqarish mumkin. Silikagel, shuningdek ajratadigan xromatografiyasida qo'zg'almas fazani saqlovchi sifatida xam qo'llanadi. Silikagelni moddalar sifatini, aniqlash samaradorligi va ba'zi bir o'zgaruvchan kimeviy birikmalarni barqarorligini belgilaydi. Masalan: pirozalon xosilalarini ajratishda uni parchalanishi kuzatilishi mumkin, demak namunani start chizig'iga tomizgandan so'ng tezda xromatografiya qilinmagan.

Alyuminiy oksidi ham juda qulay sorbentdir. U har xil faollikka, turli rN-muhitga ega. Alyuminiy oksidini 125°S qizdirilganda, uning λ - shakli olinadi, u ham yaxshi sorbent hisoblanadi.

Bunday alyuminiy oksidida odatdagi firma plastinkalariga nisbatan yana xam sifatli va qayta tahlillarda aniq natijalar olinadi.

Qandlarga o'xshagan ba'zi bir moddalarni ajratish uchun silikagel va alyuminiy oksidini aralashmasi - alyusil qo'llanadi.

Oxirgi paytda poliamidlar yordamida moddalarni bir-biridan ajratish keng qo'llanilyapti. Poliamidlar ularni olish usuliga qarab har xil ajratish qobiliyatiga ega.

Poliamidli qatlamlarda bog'lovchi sifatida selliyulozadan foydalanish yaxshi natijalar beradi. Sellyulozadan tashqari kraxmal xam bog'lovchi sifatida qo'llanadi. Poliamid, silikagel va kraxmal aralashmasidan ajoyib mexanik xususiyatli plastinkalar olish mumkin.

Poliamid- fenollarni ajratishda qo'l keladi. Sellyuloza qatlamida xromatografiya qilish ham keng qo'llanadi. Bunda qog'oz xromatografiyasida orttirilgan tajribalardan foydalanish mumkin. Qog'oz xromatografiyasidan farqi-yupqa qatlamli xromatografiyaning xamma afzalliklari bu usulga xosligi, usulning tezkorligi, dog'larni diffuziyasi yo'qligi, qatlamni keng hajmga egaligi va aniqlash uslubini yuqori sezgirlikka egaligi bilan belgilanadi.

Yupqa qatlamli, yopishtiriladigan universal sorbentlar

Yopishtiriladigan yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlash uchun asosan zarralari 5-400 mmk o'lchamda bo'lgan sorbentlar ishlatiladi. Lekin ba'zan bundan yirik zarrali sorbentlar ham ishlatilishi mumkin. Katta o'lchamli yoki aksincha juda mayda zarra li sorbentlarda xromatografik ajratish jarayoni sifati pasayadi. Mexanik mustaxkamligini oshirish uchun sorbentga 10-20 % bog'lovchi modda qo'shiladi. Bog'lovchi modda ajratishga ta'sir etmasligi zarur.

Ko'pincha bu ta'sir juda oz bo'lib, unga axamiyat berilmaydi. Bog'lovchilardan eng keng tarqalgani gipsdir. Kraxmal ham juda samarali yopishtiruvchi vositadir. Lekin uni kislotali reagentlar qo'llanganda, qizdirish kerak bo'lganda qo'llash mumkin emas.

Agar-agar xam bog'lovchilar qatoriga kiradi. Agar-agar xromatografik ajratishlarga salbiy ta'sir qilmaydi. Boshqa bog'lovchi moddalardan - aktivlashgan ko'mirdan yupqa qatlam plastinkasi tayyorlashda polietelen va selluloza asosida tayyorlanadigan bog'lovchilardan foydalaniladi.

Yopishtirilgan yupqa qatlamli plastinkalar tayyorlash uchun yanchilgan va elangan materialni suyuq fazada aralashtirib gemogen suspenziya hosil qilinadi va plastinkaga bir xil yupqa qatlam bilan joylashtiriladi.

Yopishtirilmagan qatlamlar esa xozirgacha farmpreparatlarni aralashmasini tahlil qilishda qo'llanilmoqda.

Yopishtirilmagan qatlamlarni tayyorlash uchun odatda yirik zarrali sorbentlar olinadi. Zarralarni optimal o'lchami 0,02-0,12 mm bo'lishi kerak. Bunday mayda zarrali sorbentlarni qo'llash qatlamni tayyorlanishi qiyinligi sababli chegaralangandir. Yirik zarrali sorbentlarni qo'llash, moddalarni ajratish sifatini pasaytiradi - dog'lar cho'zilib chiqishiga yoki xira bo'lishiga olib keladi. Yupqa qatlamli plastinka tayyorlash uchun mo'ljallangan material elakdan o'tkazilib har xil mexanik iflosliklardan tozalangan bo'lishi kerak. Kolonkali xromatografiyada qo'llanadigan sorbentlar ko'p xollarda yupqa qatlamli yopishtirilmagan xromatografiya usuli qo'l keladi. Uning kamchiligi sifatida zarrachalar o'lchamining har xilligi ma'lum bir o'lchamli silikagel ham bunga yaraydi. YOpishtirilmagan qatlamli plastinkalar tayyorlash uchun zarrachalari 0,1-0,2 mm o'lchamdagi poliamid ham ishlatiladi.

Xozirgi paytda butun dunyoda keng ishlab chiqarilayotgan tayyor xromatografik plastinkalar eng ko'p yo'qlanilyapti. Qator firmalari (yupqa qatlamli) oyna plastinkalarni ishlab chiqaradi.

Alyuminiy yoki plasmassa falgaga yopishtirilgan tayyor yupqa qatlamli plastinkalar juda qulaydir. Ular so'zsiz ko'p afzalliklarga ega. Bunday plastinkalarni oldindan tayyorlash zarurati yo'q. YAxshi taxlangan bo'ladi, uzoq saqlanadi va mexanik mustaxkam, sifatli, toza, yaxshi ajratish qobilyatli sorbentlardan tayyorlangan.

Sorbentlarning aktivligini aniqlash.

Sorbentlar adsorbsion aktivligini aniqlash qisman yoki to'liq bir xil natijalarni qaytarilishini ta'minlashi zarur bo'lgan xollarda o'tkaziladi. Takroriy tahlillar bilan aniqlanayotganda

qo'llanayotgan sorbentning xususiyatlarini, shu jumladan aktivligini bilish zarur bo'ladi. Sorbentning aktivligi uning tarkibidagi suv miqdori bilan bog'liq, lekin bu havoning namligiga bog'liq xolda o'zgaradi.

Alyuminiy oksidini aktivligini tayyorlangan yupqa qatlamli plastinkada azobo'yoqlar yig'masini xromatografiya qilib olingan xromatogramma Rf qiymatiga asoslanib aniqlanadi.

1-jadval

Alyuminiy oksidi va silikagel aktivligiga bog'liq bo'lgan azobo'eqlar Rf qiymati ko'rsatkichlari (to'rt xlorli uglerod bilan purkaladi).

№	Azobo'yoqlar	Alyum.oks.aktivligi				Silikagel aktiv			
		2	3	4	5	2	3	4	5
1	Azobenzol	59	74	85	95	61	70	83	86
2	n-metoksibenzol	16	49	69	89	28	43	67	79
3	Sudan sarig'i	1	25	57	78	18	30	53	64
4	Sudan qizili	0	10	33	56	11	13	40	50
5	n-aminobenzol	0	3	8	19	4	7	20	29
6	n-oksiiazobenzol					1	1	7	18

Bu usul bilan aktivlik darajasini 3 dan 5 gacha aniqlash mumkin.

1 - darajali aktivlikni aniqlash mumkin emas, 2 - darajali aktivlikni 4 - xlorliuglerod atmosferasida aniqlash mumkin. Alyuminiy oksidini aktivligi yuqoriroq bo'lganda hamma jarayon- qatlamni tayyorlash, azobo'yoq namunalari tomizib xromatogrammani kameraga quyish, bir daqiqada bajariladi. Alyuminiy oksidi qatlamiga havo namligi ta'sirini kamaytirish uchun xromatogrammani konsentrik sulfat kislotali eksikatorida saqlanadi.

Muskahkamlangan qatlamli plastinkalarni tayyorlash.

Odatda plastinkalarga maxsus moslama - qo'lda tayyorlangan aplikatar yordamida yupqa qatlamli plastinkalar tayyorlanadi. Lekin sifati va ajratish xususiyati bilan, qatlami bir tekisligi bilan Rf - o'lchamiga ta'siri bo'yicha turli plastinkalardan foydalanilinish mumkin. Qo'lda tayyorlanadigan plastinkalar sodda, qulay va hech qanday ortiqcha sarf-harajatlarni talab qilmaydi. Shuning uchun ko'p xollarda plastinkalar odatda qo'lda tayyorlanadi.

Namunalarni xromatografik plastinkaga tomizish.

Buning uchun miqdor tahlili bilan bog'liq tahlillarda, odatda kalibrovka qilingan mikropipetkalardan foydalaniladi. Sifat tahlili olib borilayotganda, namunalarni kapillyar naycha yordamida tomiziladi, namunalarni shuningdek, shpatel yoki skalpel bilan tomizish mumkin. Shpatel uchida tajriba orqali yig'ilgan modda bo'lib, uning yoniga erituvchining tomchisi og'izilib, so'ng shpatel qiyalashtirilib modda bilan aralashtiriladi. Modda erib, eritma hosil bo'ladi va uni xromatogrammaning start chizig'iga tomiziladi. SHunday usul bilan maydalangan tabletkalarni xromatogramмага tomiziladi.

Namunani bir nuqtaga tomizmaslikka harakat qilish kerak, chunki bunda reagent purkab xromatogramma ko'rilganda modda uzun chiziqli dog' shaklida bo'ladi. Aralashma komponentlari ushbu xolatda ajratilmasligi mumkin. Yopishtirilgan qatlamda startdagi dog'ning diametri 3-4 mmdan oshmasligi kerak, yopishtirilmagan qatlamda esa 6-8 mm. Moddalar eritmasini uzun chiziq shaklida tomizilsa yaxshi natijalar olinadi. Bu chiziqlar 1 dan 4 smgacha uzunlikda iloji boricha ingichka bo'lishi kerak.

Xromatografiya qilish

To'g'ri keladigan erituvchilar sistemasini tanlash uncha qiyin emas. Yupqa qatlamli xromatografiyani afzalliklaridan biri erituvchilar sistemasini qutbligini o'zgartirib moddani yaxshi ajratish zonasiga yo'naltirish mumkin.

Zarur sistemani oldindan tayyorlash uchun Shtal usuli qo'llanadi. Bu usul bo'yicha plastinkaning start chizig'iga bir necha nuqtaga aralashmadan tomiziladi. So'ng bu nuqtlarga pipetka yordamida har-xil erituvchilar sistemasidan tomiziladi. Ushbu usul bilan qilingan kichik aylanma xromatogrammalar qaysi sistema qanday natija berishini yaqqol ko'rsatadi. Sistemani aniqlashning ya'na boshqa usuli bo'yicha uzun shisha naychaga sorbent qatlami solib, so'ng unga moddalar aralashmasi tomiziladi va probirkada ko'riladi.

Xona haroratining o'zgarishi natijalariga deyarli ta'sir qilmaydi. R_f - o'lchamining o'zgarishi asosan harorat oshishi bilan va xonaning nisbiy namligi o'zgarmaganda yuz beradi. Xromatografik jarayonning faqat og'zi maxkam yopiladigan duch kelgan idishda o'tkazish mumkin. Kamera germetik yopilishi kerak, chunki erituvchilar bu O'lanib ketishi kerak emas.

Aks xolda xromatografiya jarayoni buziladi. Aksincha ko'p komponentli sistemalarning tarkibi o'zgaradi. Amalda kichik hajmdagi kameralar qulaydir.

Xromatografiya qilishdan oldin kamerani erituvchilar sistemasiga to'yintirish tavsiya etiladi. To'yintirilgan kameralarni qo'llash "chetlash" effektini oldini olishi, yoki R_f - qiymatining o'lchamini xromatogrammaning o'rtasida va chekkasida ham bir xil bo'lishini ta'minlaydi.

Yupqa qatlamli xromatogrammada erituvchilar sistemasini ko'pincha yuqoriga qaratib harakatlantiriladi. Ko'p komponentli sistemalar bilan ishlanganda xromatografiya qilayotganda sistemaning tarkibi o'zgaradi. SHu sababli har gal yangi sistema tayyorlash kerak. Gemogen azeotrop aralashmalar sistemasidan foydalanganda tarkibda o'zgarishi yuz bermaydi va shu sababli unda o'ntagacha xromatogramma olish mumkin.

Xromatogrammada moddalarning dog'larini ko'rish

Agar tekshiriluvchi namuna rangli moddalar bo'lsa, ularni maxsus reaktiv yordamida aniqlash talab etmaydilar. Lekin ko'pincha xromatografiya qilgandan so'ng moddalarni ko'rintirish zarur bo'ladi. Ko'rintirish qog'oz xromatografiyasidagi kabi xromatogramмага to'g'ri keladigan rang hosil qiluvchi reagentni purkash yo'li bilan amalga oshiriladi. Bir qator moddalarni kimeviy reagentlarsiz, masalan: UB - nurlarida nurlantirib ko'rish ham mumkin.

Natijalarni ishlab chiqish

Alohida moddalarning harakat xususiyati R_f - bilan o'lchanadi. R_f - bu modda dog'ining markazi va start orasidagi masofani (A) erituvchi fronti va start orasidagi masofaga (B) nisbatidan olinadigan qiymat. Bu o'lcham 0 dan 1 gacha o'zgaradi. Modda start chizig'ida bo'lsa,

$R_f = 0,0$, o'rtasida $R_f - 0,5$ ga teng, front chizig'ida esa $R_f - 1$ ga teng. Agar tajriba bir xil sharoitda bajarilmasa R_f - fizik ko'rsatkich hisoblanmaydi. Ko'p xollarda R_f -moddaning harakatlanishi xususiyatini va ushbu xromatografik sistemaning ajratish qobiliyatini ko'rsatadi. R_f -o'lchami ko'pincha omillarga bog'liq bo'lganligi sababli moddaning R_c -nisbiy o'lchami yoki moddaning R_f -qiymatini standart birikma R_f qiymatiga nisbati ko'rsatkichiga aniqroq ma'lumot beradi.

R_f -o'lchamini ifodalanishi.

R_f -o'lchamini kiritilishi dog'ning xromatogrammani joylashishini ifodalaydi. Ko'pincha mualliflar bu ko'rsatkichni fizik yoki fizik-kimyoviy ko'rsatkich deb hisoblamaydilar, uni faqat aralashmadagi boshqa moddalarga nisbatan moddaning joylashishini ifodalovchi ko'rsatkich, deb takidlaydilar. Moddani standart modda bilan R_f -larini solishtirish orqali identifikatsiya qilish uchun ajratishning xromatografik jarayonini takrorlash muxim ahamiyatga egadir.

R_f -o'lchamini doimiyliigi ko'p omillar ta'sir qiladi. Eng avvalo erituvchilar sistemasi, kamerani to'yintirishning shakli va darajasi, xromatografik sorbentlarning aktivligi, nisbiy namlik, erituvchi frontining masofasi, sorbentning pH yoki sistemaning pH-muhit ko'rsatkichlari shular jumlasidandir.

R_f - o'lchamiga shuningdek sistemadagi erituvchilarning tozaligi, qatlamning qalinligi, sorbentning maydaligi, plastinka tayyorlashda suspensiyon pastaning quyuq-suyuqligi, namunaning miqdori

start chizig'ining plastinka chetiga uzoq-yaqinligi, plastinkaning sistemaga qanchalik botib turishi va purkakichning yo'naltirilishi ta'sir qiladi.

Yupqa qatlamli xromatografiya natijalarini qayd qilish va xromatogrammalarni saqlash.

Xromatografik ajratish natijalarini aniq bayon etish zarurati ko'p bo'ladi. Xromatogrammalarni dog'lar rangi uchib ketishi va xromatografik qatlam mexanik mustaxkam emasligi sababli saqlash qiyin.

19-MA'RUZA. GEL XROMATOGRAFIYASI, NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA QO'LLANILISHI.

Ma'ruza rejasi:

1. gel xromatografiyasi va uni boshqa xromatografiya usullaridan farqi va nazariy asoslari;
2. gel xamda erituvchilarni tanlash;
3. gel xromatografiyasini qo'llanilishi.

Tayanch iboralar;*Gel xromatografiyasi, kolonka, sirtqi hajm, gel zarrachalari ichki hajmi, qattiq gellar, yarim qattiq gellar, yumshoq gellar.*

Gel-xromatografik tahlil.

Taqsimlovchi xromatografiyaning turlaridan farqli o'laroq gel-xromatografiyasida qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas faza sifatida bir xil erituvchi qo'llaniladi. Bunda qattiq-faza ya'ni gel zarrachalari ustidan oqim bo'yicha xarakatlanuvchi erituvchi qismi qo'zg'aluvchi faza vazifasini bajaradi va aniqlanuvchi aralashma komponentlarini kolonka bo'ylab xarakatlantiradi. Qo'llanilayotgan erituvchining ikkinchi qismi esa gel zarrachalari ichki g'avaklariga shimiladi va shu xolda qo'zg'almas faza vazifasini bajaradi.

Molekulalar o'lchami turlicha bo'lgan aralashmalarda moddalarni bir-biridan ajralish sodir bo'ladi, gel zarrachalarida g'ovaklarning o'lchami bir xil bo'lib, u o'zidan kichik hajmli molekulalarni, g'ovaklar ichiga o'tkazadi. Tekshiriluvchi aralashma gel orqali filtrlanganda kichik hajmli molekulalar gel g'ovaklariga shimilib g'ovakdagi erituvchida ushlanib qoladi, katta yirik molekulalar esa gel zarrachalari orasidan gel g'ovaklariga shimilmasdan qo'zg'aluvchi erituvchi bilan birga xarakatlanadi. Demak avval yirik hajmli molekulalar yuviladi, kichik hajmli molekulalar esa yirik molekulalardan so'ng yuviladi. SHunday qilib gel xromatografiyasi modda aralashmasini modda molekulasi hajmiga va massasiga bog'liq xolda bir-biridan ajratadi. Bu usul sodda, tez va eng kerakligi moddalar aralashmasi boshqa xromatografik turlariga nisbatan ancha engil sharoitda ajratiladi.

Modda aralashmasini ajratishda asosiy faktorlardan tashqari, qo'shimcha, ya'ni adsorbsiya va kimyoviy faktorlar xam ta'sir etadi. Xromatografiyalash sharoitini tanlanganda bular xisobga olinishi lozim.

Gellarni birinchi bo'lib 1959 yilda Porat va Flodinlar suyuq aralashmalar uchun qo'llaganlar.

Gel qatlamini toza erituvchi bilan yuvilganda katta hajmli molekulalar erituvchi suyuqlik xarakat tezligiga yaqin tezlikda xarakatlanadi, bir vaqtda kichik hajmli molekulalar esa gel g'ovaklariga shimilgan bo'lganligi tufayli sekin kechroq xarakat lanadi. SHunday qilib moddalar aralashmasi gel qatlamidan molekula hajmiga bog'liq xolda birin-ketin ajrala boshlaydi.

Gel xromatografiya usulini qo'llash aniqlanuvchi moddalar aralashmasi komponentlari bir xil molekulyar massaga ega bo'lgan xollar uchun qulay xisoblanadi. Bunda aniqlanuvchi modda bilan gel fazani orasidagi o'zaro ta'sir farqi asosida moddalar ajraladi. Odatda ikki xildagi o'zaro ta'sir namayon bo'ladi:

- 1) zaryadlangan ajraluvchi molekulasi zaryadlangan zarralar o'rtasidagi ta'sir kuchi;
- 2) gel qobig'idan dispers kuchi xolida bo'ktirilgan gel fazasida erigan moddalar bilan bog'liq ionogen guruxlar ta'siri.

Gel xromatografiyasi ikki turda, ya'ni kolonkali va yupqa qavatli usullarda qo'llaniladi.

Gel xromatografiyasining nazariy asoslari.

Naychaga to'ldirilgan gel va erituvchi orasida to'g'ri munosabatini aniq bo'lishi uchun gel qatlamining nisbiy hajmini bilish maqsadga muvofiq. Gel ustunining umumiy hajmi (V_t) uning uch xil hajmiy o'lchamlar yig'indisidan iborat:

sirtqi hajm (V_c), ya'ni gel zarrachalari oraliq hajmi; gel g'ovaklari ichki hajmi (V_q); quruq gel zarrachalarining o'z hajmi (matritsa hajmi) V_m .

$$V_t = V_s + V_q + V_m$$

Odatda umumiy hajm idish hajmiga teng bo'ladi.

Sirtqi hajm (V_s). Gel bilan to'ldirilgan xromatografik naychaga qo'yilgan suyuqlikni gel qatlamlari orasiga shimilgan hajmi bilan belgilanadi. Gel g'ovaklarining ichki hajmi V_q gel zarrachalarining g'ovaksimonligi bilan bog'liq. Kserogellar ya'ni kam shimuvchi yarim qattiq gellarda g'ovak hajmini aniqlash (V_q) oson. Buning uchun gelning eruvchanlik hajmi S_r aniqlanadi. U 1 g quruq gel shimgan suyuqlik hajmi bilan belgilanadi.

Gel eruvchanlik hajmini aniqlash uchun tortib olingan, aniq miqdordagi gel ustuniga qo'llanilishi zarur bo'lgan erituvchidan quyib gelga shimdiriladi. Ortiqcha erituvchi sentrifugalab ajratib olinadi va erituvchi bilan to'yingan gel qayta tortiladi. Massalar farqi gelning shimgan hajmini belgilab beradi. Bu gel ichki hajmidir:

$$V_q = g \cdot S_r / R$$

(V_q) – gel g'ovaklar ichki hajmi

g - quruq gel massasi

r - erituvchi zichligi

S_r - gelning g'ovakdagi hajmi

Quruq geldagi zarrachalarning hajmini (V_m) aniqlash uchun avval gel uchun foydalanilgan polimerning nisbiy hajmini bilish kerak. Bu qiymatni xar doim aniqlash mumkin emas. Shuning uchun V_m qiymatni gelni bo'kkan zichlik qiymatidan foydalanib quyidagi tenglama asosida xisoblanadi.

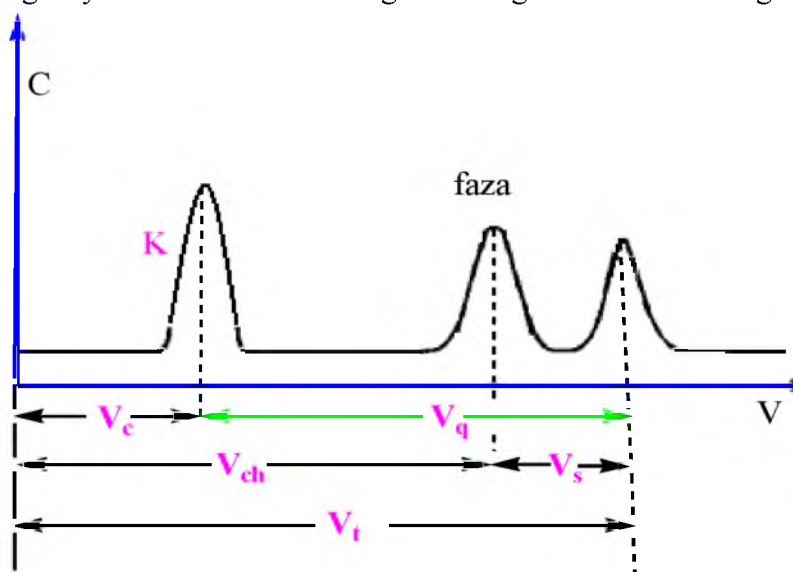
$$V_m = \frac{S_r \cdot P_r (V_t - V_{ch})}{P \cdot (S_r / P_r + 1)}$$

Bunda: V_r - tashqi hajm

V_t - umumiy hajm

V_q - kalonkadan chiqish hajmi

Rasmda gel xromatografiyasida ikkita moddaning xromatogrammasi tasvirlangan.



V_e – tashqi hajm (sirtqi); V_q – ichki hajm; V_t – umumiy hajm; V_{chiq} – chiqish hajmi

V_s – bo‘linish hajmi; Kraxmal (K) va glyukozani (G) sefadeksdagi gel xromatogrammasi.

Gel xromatografiyada V_t -ajratish hajmi o‘lchami xam mavjud bo‘lib, bu hajm, gel ustuniga tekshiriluvchi aralashma yuborilganda toki ajralib chiqayotgan ajralmada modda maksimal konsentratsiyaga etguncha o‘tgan erituvchi hajmi bilan belgilanadi.

Ajratish hajmi ajratilayotgan aralashma molekulasiga bog‘liq. Tajribalarda tasdiqlanishicha ajratish hajmiga yuvilayotgan modda konsentratsiyasi xam yuvilish tezligi xam kalonka xarorati xam ta’sir qilmaydi. Ajralish hajmi ajralayotgan moddaning molekulyar massasi, logarifmiga to‘g‘ri proporsional.

Gel xromatografiyasida jarayonni effektivligi moddalarni zonalarida yuvilishi va bu bilan bog‘liq xolda teoritik tarelkalar effektivligi ortadi. Gel xromatografiyasining sezilarli birinchi faktori, bu usulda xromatografik jarayonda kam hajmdagi gel ishtirok etadi va moddalarning gel qatlami bo‘ylab xarakatlanishiga modda va gel orasidagi o‘zaro ta’sir deyarli sezilmaydi. Natijada gel xromatografiyasining kalonka effektivligi ortadi.

Ikkinchi faktor, yuvilish jarayonida diffuzion tenglik juda sekin o‘rnatiladi. Bu ta’sirlarni kamaytirish uchun mayda zarrachali gellar va yuvilish tezligini kamaytirish talab qilinadi. Molekulyar massa kamayishi bilan diffuziya tezlashadi, kichik molekullari moddalar va sekin yuvilishda diffuzion ta’sir sezilmaydi. YUvilishga ta’sir etuvchi eng asosiy omil diffuzion tenglikka asta-sekin erishishdan iborat.

Gel xromatografiyasi boshqa xromatografik usullardan moddalarni ajralish mexanizm bilan farqlanadi. Qo‘zg‘almas fazadagi modda konsentratsiyasining qo‘zg‘oluvchi fazadagi konsentratsiyadan kam bo‘lishi metod uchun xarakterlidir. Qo‘zg‘almas va qo‘zg‘aluvchi faza farq qilmagan xolda qo‘zg‘almas faza gel strukturasi bog‘liq xolda gel g‘ovaklariga shimiladi.

Agarda turli o‘lchamdagi molekulyar massali turli dori moddalarni gel xromatografiyasida bir-biridan ajratilganda yaxshi natijalarga erishiladi. Bunda ayrim moddalar uchun ichki hajm to‘g‘ri kelib, qolgan tarkibdagi moddalarni ajralishiga o‘liq erishilmaydi. SHuni inobatga olib Lorent T.S., Killander J., tomonidan molekullarni ajralishidagi jarayonni aniqlash uchun quyidagi formula tavsiya etiladi:

$$K = \frac{V_{ch} - V_s}{V_t - V_s}$$

K - moddani ajratib olishdagi eng qulay kattalik.

Bunda kolonkani to‘ldirilgan gel zichligi o‘rniga qo‘zg‘aluvchi faza sifatida foydalangan erituvchining xususiyati axamiatga olingan. Bu koeffitsent orqali qo‘zg‘almas va qo‘zg‘aluvchi fazalarning xususiyatlarini aniqlash mumkin.

K qiymatiga asoslanib moddalarni ajralib chiqish V_s qiymatini aniqlash mumkin. $V_s = V_{ch} - V_{ch} = (K - K) \cdot (V_t - V_e)$.

SHtrixlar ikkita moddani xromatografik ajralishi tushiniladi.

Gellar va erituvchilarni tanlash.

Gellar yumshoq, yarim qattiq va qattiq gellarga bo‘linadi. Ularning xar biri gidrofil va gidrofob, bo‘lishlari mumkin. Yumshoq gellar. Bu tur gellar yuqori molekulyar organik birikmalar bo‘lib, kam sonli yonbosh bog‘lardan iborat. Bunday gellar ko‘p miqdorda erituvchini shimib shishadi va o‘zining asosiy hajmini oshiradi. Ularning g‘ovakligi shimilgan erituvchi hajmiga to‘g‘ri proporsional xolda (bir necha barobar hajmda) ortadi. Natijada yumshoq gel hajmi ortishi xisobiga, gelning o‘zi deformatsiyalanadi. Yumshoq gellar . kichik molekullari moddalarni kam oqim tezligida ajratish uchun qo‘llaniladi. Yumshoq gellar ko‘proq yupqa qatlam xromatografiyasida keng qo‘llaniladi. Gidrofil gellarga sefadeks yoki dekstrinli gellar kirib, ularda -O-SN₂SN(ON)SN₂-O tipdagi birikish bog‘lari vodorodli bog‘lar xususiyatiga ega. (poliakrilamid geli va kraxmal).

Organik erituvchilar bilan ishlanganda gidrofil sefrodeksiga oksipropil guruxi kiritilib olingan lipofil sefadeksi ishlatiladi. Yumshoq gellar yuqori effektivlikka ega. Yumshoq gellarda xromatografiyalashni odatda gel-filtrlash deb nomlanadi.

Yarim qattiq gellar.

Bunday gellar polimerlanib olinadi. Ular yuqori o'tkazuvchanlikni taminlaydi va g'ovak o'lchamlariga bog'liq bo'lmagan o'rtacha hajmga ega. Yarim qattiq gellar bo'ktirilganda o'z hajmini sezilarsiz (1,1 - 1,8 barobar) oshiradi, yarim qattiq gellar bosimga chidamli va deformatsiyalanmaydi. Ular gidrofob gellar xisoblanadi. Yarim qattiq gellarni gidrofilligini oshirish ularning kimyoviy yoki fizik xususiyatlarini o'zgartirish evaziga bajariladi, masalan: sulfirlash kabi. Asosan stirol va divinilbenzolni sopolimerlanishi maxsulotlari yarim qattiq gellar bo'lib, stirogellar deb yuritiladi. Polivinilatsetatli gellar xam yarim qattiq gellarga kiradi.

Qattiq gellar.

Bularga silikagel va g'ovakli shisha kiradi. G'ovakli shisha gel bo'lmasa xam gel o'rnida ishlatiladi. Qattiq gel g'ovaklari doimiy bo'ladi va xar qanday sharoitda xam o'z hajmini o'zgartirmaydi va yuqori o'tkazuvchanligini namayon qiladi. Ular gidrofil va liofillikni namoyon qiladi. Silikatlar o'zlarida gidroksil guruxlarini saqlashi qattiq gellarning kamchiligi xisoblanadi. Ikkinchi kamchiligi ularning yumshoq va yarim qattiq gellarga nisbatan katta yuviluvchanlikka egaligidir. Qattiq gel sifatida odatda g'ovakli silikagel (porasil), nazorat qilinuvchi g'ovakli shisha va bir xil o'lchamli g'ovakli sintetik kremnezem (aerosilikagellar) qo'llaniladi.

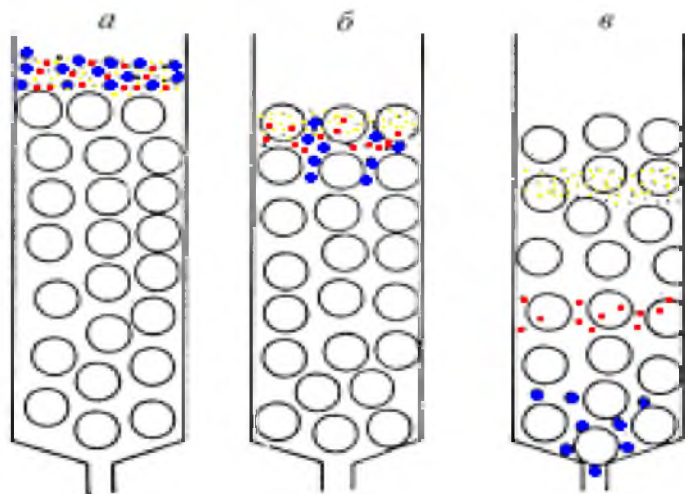
Erituvchilarni tanlash.

Gel xromatografiyada qo'llaniladigan erituvchilarga qo'yiladigan talablar, ularni tekshiriluvchi birikmalar aralashmasini erita olishi, gel sirtini xo'llashi va gel sirtiga shimilmasligi bilan tushuntiriladi. Yumshoq gellar uchun qo'llaniladigan erituvchi gelni shishirishi zarur. Gel to'ldirilgan idishga qo'yilgan erituvchi gel zarrachalari bilan xamda xromatografiyalanuvchi modda bilan bir xil ta'sirda bo'lishi kerak. Bunda erigan modda gel zarrachalari ichida faqat diffuziyalanadi, ya'na erituvchining yopishuvchanligi xam axamiyatga olinadi va erituvchi imkon boricha yopishqoq bo'lmashligi kerak.

Gel xromatografiyaning qo'llanilishi.

Gel xromatografiyasida shisha nayni gel bilan to'ldirish katta axamiyatga ega. Gel bilan to'ldirish gel turi va ishlatilishi bilan bog'liq. Agarda yumshoq gel qo'llanilsa gel avval ajratish uchun olingan erituvchida bo'ktirilishi va shishirilishi kerak. Yarim qattiq gellardan foydalanilganda avval gel (suspensiyasi) bo'tqasi tayyorlanadi, erituvchi bilan aralashma zichligi quruq gel zichligiga teng bo'lmog'i kerak.

Gel xromatografiyasi uchun ichki diametri 8-10mm ga teng naychalardan foydalaniladi. Naycha diametrini 50 mm gacha kattalashtirish effektivlikni oshiradi, lekin naycha diametrini kamaytirish tavsiya etilmaydi.



2-rasm. Gel xromatografiya usulida moddalarni ajralish chizmasi:

a — *ajralishning boshlaninshi,*
b — *ajralish jarayoni,*
v — *ajralishning tugashi;*

20-MA'RUZA. GAZ XROMATOGRAFIYASI. USULNING NAZARIY ASOSLARI VA DORI VOSITALARI TAHLILIDA YUQORI EFFEKTIV USUL.

Ma'ruza rejasi:

1. Gaz xromatografiyasining rivojlanish tarixi.
2. Gaz xromatografiyasining asosiy tamoyillari.
3. Gaz xromatografiyasining nazariy asoslari.
4. Gaz suyuqlik xromatografiyasining qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas suyuq fazalari.

Tayanch so'z va iboralar: *Gaz xromatografiyasi, elyuent, inert gaz, detektor, kolonka, sorbent, gaz adsorbsion xromatografiya, gaz suyuqlik xromatografiyasi, xromatogramma, ushlanish vaqti, ushlanish masofasi, ajratish koeffitsienti.*

Gaz xromatografiyasining tarixiy rivojlanishi va asosiy bosqichlari

Murakkab gazlar, bug'lar, suyuqliklar yoki eritilgan moddalarni ajratish va tahlil qilish uchun fizik-kimyoviy usullar orasida gaz xromatografik usul alohida o'rin egallaydi. Gaz xromatografiyasi dinamik sharoitda sorbsiya (yutilish) protsesslariga asoslangan.

Xromatografiyani birinchi bor 1903 yili rus olimi, biolog va botanik M.S.Svet tomonidan yashil o'simliklar barglaridagi o'simlik pigmentlari murakkab aralashmasini ajratish uchun qo'llagan.

1941 yil Angliyalik bioximiklar Martin va Sinj **qog'oz xromatografiyani** taklif qilishgan. Mualliflar keyinchalik qo'zg'aluvchi faza sifatida nafaqat suyuqlik, balki gaz ham ishlatish mumkinligini aniqlashgan.

Djeyms va Martinning tadqiqotlari 1952 yilda gaz adsorbsion va gaz suyuqlik xromatografiyasi usulini yuzaga keltirdi.

1953 yilda D.A.Vyaxirov, A.I. Bruk va S.A.Guglin, YAnaklar birinchi marta gaz xromatografik kolonkadan chiqayotgan tekshiriluvchi moddalarni aniqlash usulini taklif etdilar. Bunda kolonkadan chiqayotgan gaz oqimining (SO_2) byuretkadagi ishqorda yutilishini ko'rsatilib o'tilgan.

Gaz xromatografiyasi amaliyotida yangi sorbentlarni, qo'zg'almas suyuq fazalarni, turli ko'rinishdagi kolonkalarni yaratish uslubi analitik imkoniyatlarini ma'lum darajada kengaytiradi.

Gaz xromatografiyasi ham quyidagi belgilariga asoslanib sinflanadi:

- a) fazalarni agregat xolatiga asoslanib;
- b) elementar xususiyatlariga asosan;
- v) fazalarni o'zaro harakatiga asosan;
- g) usul asboblarning jixozlanishiga asosan;
- d) olib boriladigan ishning maqsadiga asosan.

a) Fazalarning agregat xolati barcha xromatografik usullarga ta'luqli bo'lib, gaz xromatografiyasida qo'zg'aluvchan faza sifatida gaz yoki por holidagi moddalardan foydalaniladi. SHunga asosan gaz xromatografiyasini ikki turga gaz-adsorbsion (gaz - qattiq sorbent) va gaz - suyuqlik xromatografiyasiga bulinadi.

Gaz adsorbsion xromatografiyaning birinchi turi qo'zg'almas faza sifatida qattiq sorbent - adsorbit, ikkinchi turi esa qattiq sorbent ustiga bir xil qalinlikda joylashtirilgan suyuqlikdan iborat.

b) Elementar xususiyatiga asosan sinflanishi qo'zg'almas faza suyuqlik bo'lsa, u holda elementar xususiyati uning erituvchida eriganligidir. Bu xolatda tekshiriluvchi dori moddasi qo'zg'almas suyuq fazada erib, so'ngra qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar orasida taqsimlanadi. Dori moddasini bunday ajratilishi taqsimlanish xromatografiyasiga ta'luqlidir.

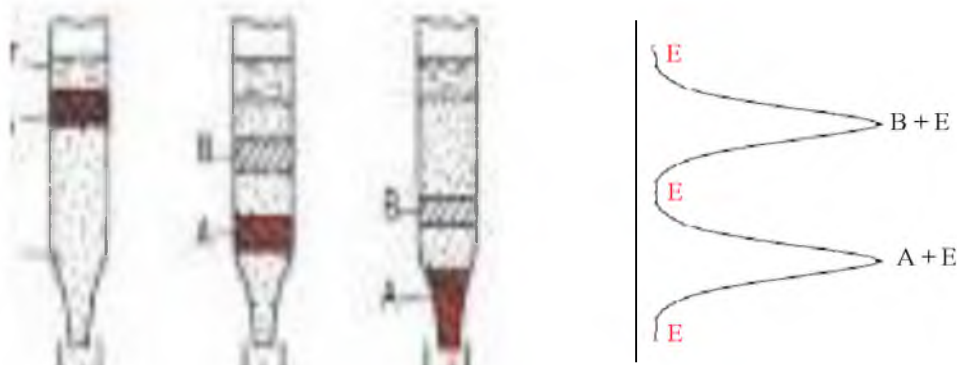
v) Fazalarni o'zaro harakatiga asoslangan GX turi uchta usul dan iborat:

1. Elyuent.
2. Frontal.
3. Siqib chiqarish.

1. Elyuent (provavitel) xromatografiyasi - uslubida tekshiriluvchi aralashma komponentlari kolonkadan o'zining sorbsiyalanishiga asoslanib alohida bir-biridan ajralgan modda zonolari oraliqlarida toza elyuent chiqadi. Ajralish davomida birinchi bo'lib, kolonkadan kam adsorbsiyalanish xususiyatiga ega (yoki kam erish koeffitsientiga ega) bo'lgan aralashma tarkibi, toza qo'zg'aluvchi gaz hamda kolonkadan chiqishiga nisbatan kuchli adsorbsiyalanuvchi tarkib va yana toza gaz oqimi ajraladi.

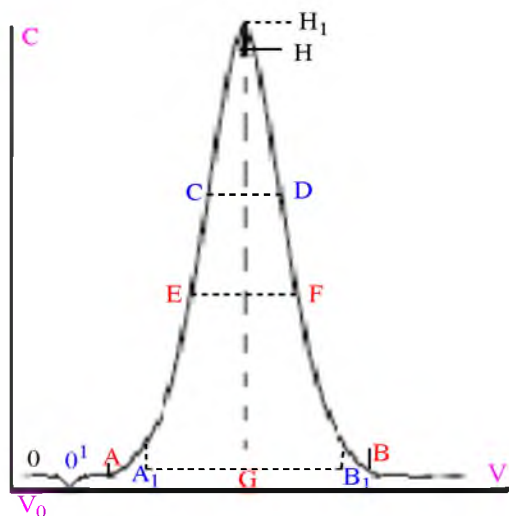
Bu usul GSX da ko'p ishlatiladi, chunki tahlilning optimal sharoitida amaliy tekshiriluvchi aralashma komponentlari to'liq ajraladi. Buni ushlanish vaqti bilan belgilanib, miqdoriy tarkibi esa xromatogrammadagi cho'qqiga asoslanib, aniqlanadi. Ajralishni tashqari kolonkadan chiqayotgan alohida moddalarni har xil kimyoviy va fizik-kimyoviy usullar bilan ham aniqlash va baholash mumkin.

Elyuant xromatografiya usulida sorbent bilan to'lg'izilgan kolonka orqali (E) gaz yuborish natijasida avval kolonkada toza gaz, so'ngra dori moddalarning sorbent orasida taqsimlanish xususiyatiga asoslanib ajralishi sodir bo'ladi. Masalan: A va V moddalar kolonkadagi sorbent ustiga shimiladi (rasm 1).



1-rasm. Elyuant xromatografiya

So'ngra gazning harakati natijasida sorbent bilan yaxshi adsorbsiyalanuvchi V modda sorbent tarkibidan sekin harakatlanadi, kam sorbsiyalanuvchi A modda tez harakat qilib bir biridan ajraladi.



2-rasmda

O-moddani kolonkaga yuborilgan vaqti;
 O^1 - so'rilmay qolgan gaz miqdori;
 OO^1 - oraliq'i kolonkaning bir qismidagi gazningso'rilmagan miqdori (V_0);
 ANV-moddaning xromatografik piki;
 GH – pikning balandligi
 A^1B^1 – pikning asosi kengligi (μ)
 EF – oraliq'i pikning o'rtacha kengligi yarmini o'lchami ($1/2\mu$)

Elyuent xromatografiya usuli yordamida dori moddalarini bir-biridan ajratib olishda keng foydalaniladi. SHunga qaramay bu usulni kamchiligi gazning ko'p miqdorida kolonkaga tushishi natijada yuvilish asosida modda konsentratsiyasini yo'qolishi kuzatiladi. Lekin bu kamchilikni sezgirliigi yuqori asboblarda yordamida bartaraf etish mumkin.

2. Frontal usul. Bajarilishi bo'yicha frontal usuli oddiyroq. Bu usul aralashmadagi moddalarni ajratishni tahlil davomida haroratni boshqarib yoki ma'lum bir dastur asosida sorbent haroratini o'zgartirib ham bajarsa bo'ladi. Haroratni dasturlash tahlil imkoniyatlarini oshirish bilan bir qator komponentlar aralashmasini to'liq ajralishini ta'minlaydi. Frontal usul yordamida dori moddasini kolonka orqali o'tkazilganda unda qo'zg'aluvchi faza sifatida sorbent bilan so'rilmaydigan erituvchi yordamida siqib chiqarish jarayonida foydalaniladi. Bu usul kam ishlatiladi.

3. Siqib chiqarish usuli – aralashmadagi moddalar sorbent qatlami bo'ylab o'zlarining yutilish xususiyati ortishi hisobga qo'zg'aluvchi fazada bir-biriga yopishgan zonalar ko'rinishida moddani absorbsion moyilligi ortishiga bog'liq tartibda harakat qiladi. Qo'zg'aluvchi faza sifatida

tanlanadigan tarkib modda erigan suyuqlikdan olingan sorbentdagi aralashmaning boshqa komponentlariga nisbatan yuqori darajada yutilishi kerak.

G) Asbob uskunani jihozlanishiga asoslanib olib boriladigan xromatografiya usuli kolonkali va kapillyar xromatografiyasi deb yuritiladi.

D) Xromatografiya usulini olib borish jarayoniga asoslanib sifat va miqdor tahlilni olib borishda xromatografiya usulini boshqa fizik-kimyoviy tahlil usullari bilan birgalikda bajarishga qaratilgandir (mass-spektrometriya, IK-spektrometriya, YAMR va EPR-spektroskopiya).

Gaz suyuqlik xromatografiyasining asosiy turlari

Yuqorida aytilgan barcha xromatografik usullarda aralashma komponentlari ikki faza, statsionar (qo'zg'almas) va qo'zg'aluvchi faza o'rtasida taqsimlanadi. Agar qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz ishlatilsa, qo'zg'almas faza sifatida faqat, qattiq jism-sorbent (aktivlangan ko'mir, silikagel, alyuminiy oksidi va boshqalar) qo'llanilsa, bo'nday ko'rinish gaz-adsorbsion xromatografiyasi deyiladi.

Agar qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida qattiq modda ustiga qoplangan yuqori qaynash darajasiga ega suyuqlik qo'llanilsa bunday ko'rinish gaz-suyuqlik xromatografiyasi deyiladi. SHunday qilib GSX usuli tahlil qilinayotgan moddalarning gaz va suyuqlik fazalari orasidagi qayta taqsimlanishni aniqlashga asoslangan usuldur.

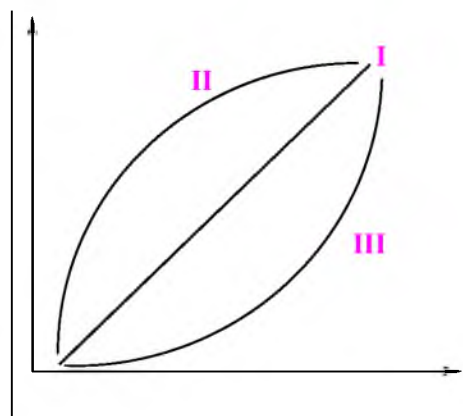
GSX da tahlil qilinuvchi aralashmaning komponentlari qattiq sorbent ustiga qoplangan suyuqlik fazasida turli eruvchanlikka ega bo'lgani sababli xromatografik kolonkalarda turlicha ajralish vujudga keladi.

Tahlil qilinuvchi aralashma qo'zg'aluvchi gaz oqimiga kiritilganda bug'lanadi va bug'simon xolatda sorbentli kolonkadan o'tib, adsorbsiya va desorbsiya xodisalarini qaytarilishi sababli gaz va suyuqlik o'rtasida taqsimlanadi.

Aralashmani tashkil etuvchilarni gaz-xromatografik bo'linish jarayoni taqisimlanish koeffitsenti K bilan harakterlanadi. Bu koeffitsent qo'zg'almas suyuq fazadagi modda konsentratsiyasini (S_n) qo'zg'aluvchi fazadagi konsentratsiyasiga (S_H) nisbatini belgilaydi.

$$K = \frac{C_H}{C_n}$$

K –koeffitsentning o'zgarmas kattaligida tashkil etuvchi komponentlarning suyuq va gazsimon fazadagi konsentratsiyalari nisbati umumiy konsentratsiyasining turli qiymatlarida o'zgarmas bo'ladi va natijada adsorbsiya chiziqli harakterga ega bo'ladi. (1-ko'rinishdagi chizma)



3-rasm.
izotermiyasi.

Adsorbsiya
I- K-

o'zgarmas kattalik

II,III – K- qiymat o'zgaruvchan bo'lsa, qavariq yoki botiq

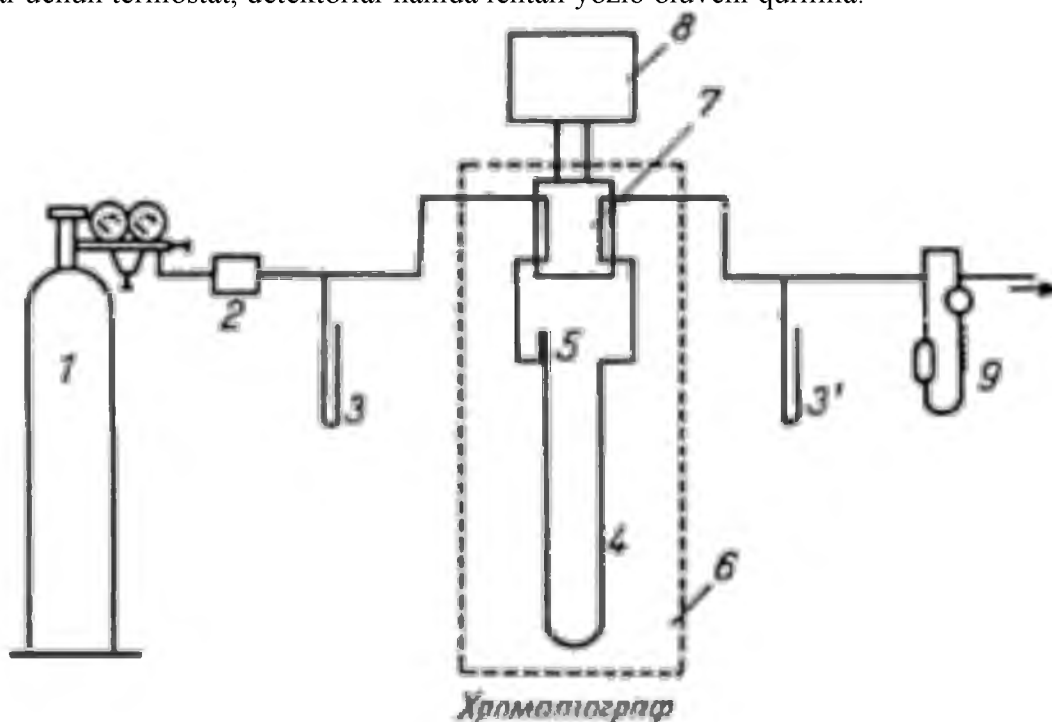
K – koeffitsent doimiyligi o'zgarganda qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas fazadagi nisbatlarga bog'liq bo'lgan xolda qavariq yoki botiq 2, 3 ko'rinishdagi izotermalar hosil bo'ladi.

Agar modda koeffitsenti kichik qiymat bo'lsa, moddaning qo'zg'almas fazadagi qismi uning gaz fazasidagi qismiga nisbatan kam bo'ladi va qo'zg'almas faza tomonidan kam ushlanib kolonka bo'ylab tez harakatlanadi. K – koeffitsenti qiymati katta bo'lsa uning qo'zg'almas fazada miqdori gaz fazasidagiga nisbatan ko'p bo'ladi va bunday modda kolonka orqali sekin harakatlanadi.

Gaz suyuqlik xromatografiya usuli. Bu usulda qo'llaniladigan sorbentlar. Qo'zg'olmas suyuq fazalarni sorbentga o'tkazish va tayyorlash

Gaz suyuqlik xromatografiyasi (GSX) xromatografiya usullaridan biri bo'lib, hozirgi vaqtda keng tarqalgan usullardan hisoblanadi. GSX da sorbent quruq inert moddalardan iborat – suyuq fazani ushlovchi sifatida (nositelb) sifatida foydalaniladi. Ushbu nert moddalar usuli turli elastomerlar qo'zg'olmas faza sifatida shimdiriladi, bularga quyidagilar misol bo'ladi. ZE-30, XE-60, OV- 101 va xokozolar. Elastomerlar inert moddalarga turli miqdorda shimdirilgan bo'ladi. 5% ZE-30, 3%-XE 60.

Qo'zg'aluvchi faza sifatida azot va turli inert gazlar ishlatiladi. Masalan: orgon va geliy. Aralashmalar komponentini gazoxromatik taqsimlash va tahlil qilish maxsus uskunalar - gazxromatograflar yordamida amalga oshiriladi. Hozirgi vaqtda analitik laboratoriyalarda turli markalardagi xromatograflar qo'llanilmoqda. Barcha xromatograflar asosan quyidagi qismlardan tashkil topgan: gaz balon, gaz bosimini va tezligini aniqlovchi asbob-oqim stabilizatori, reduktor va kolonkalar uchun termostat, detektorlar hamda lentali yozib oluvchi qurilma.



4-rasm. Gaz xromatografining tuzilish sxemasi:

1 – gaz balloni; 2 – oqim stabilizatori; 3 i 3' – monometrlar; 4 – xromatografik kolonka; 5 – dozator (namuna yuborish uchun uskuna); 6 – termostat; 7 – detektor; 8 – o'zi yozuvchi moslama; 9 – chiqim o'lchagich

Balon xromatografga qo'zg'aluvchi gaz berish uchun mo'ljallangan.

Dozator (bug'latgich) kolonkaning boshlang'ich qismi bilan birlashgan idish bo'lib, rezinali membrana bilan ta'minlangan. SHu membrana orqali mikroshprits yordamida tekshiriluvchi gazsimon yoki suyuq tarkib kerakli hajmda yuboriladi. Aniqlanuvchi moddani bug'latish va zarur haroratni ushlab turish uchun dozatorni termostatga joylashtiriladi.

Termostatlari – Xromatografik kolonkalar termostat kamerasiga joylashtiriladi va zarur haroratgacha isitiladi. Xozirgi zamon xromatograflarida isitishning turli usullaridan foydalaniladi. Isitilgan havoni purklash yo'li isitilgan suyuqlik yordamida qaynovchi suyuqlik porlari yordamida kolonkalarni tok yordamida isitiluvchi metall sterjenlar bilan biriktirib isitish kabi usullardan foydalaniladi.

Xromatografik kolonkalar. Moddalarni ajratish jarayoni xromatografik kolonkalarda o'tadi. Gazxromatik tahlilarda uch turdagi nasadkali (sorbent bilan to'ldiriladigan), mikronasadkali va kapillyar analitik kolonkalardan foydalaniladi. Kolonkalarda moddalar aralashmalari aloxida moddalar komponentlariga ajralish sodir bo'ladi.

Nasadkali kolonkalar – eng ko'p qo'llaniladi, ular shisha yoki metall (zanglamaydigan po'lat, mis) naylardan iborat. Kolonkalar ko'proq U – simon, zigzagsimon, spiralsimon yoki aylanma shakllarida bo'ladi. Nasadkali kolonkalar ichki diametri 3-10m gacha, uzunligi esa 0.5-3 m gacha, goxo 10-15 m gacha bo'lishi mumkin.

Mikronasadkali kolonkalar nasadkalilardan farqli o'laroq ichki diametri kichik, ya'ni 0,6-1mm, uzunligi esa 20m gacha bo'ladi. Kolonka shakli moddalarni ajratish effektivligiga ta'sir etmaydi, shuning uchun ularni



НАСАДКАЛИ КОЛОНКА



МИКРОНАСАДКАЛИ КОЛОНКА

to'ldirish oson bo'lgan formalar beriladi. Zanglamas po'latdan tayyorlangan kolonkalardan uzoq muddat foydalaniladi, zanglamasligi tufayli sorbent bilan to'ldirishdan avval qo'shimcha tozalash zarur emas. Mis naychalardan kolonkalar oson tayyorlanadi, ammo ularning ichki naylarini, oksid qoplamalardan tozalab, so'ng sorbent to'ldirish kerak. Metallar ta'siridan o'z xolatini o'zgartiradigan moddalar tahlilida shisha nayli kolonkalardan foydalaniladi.

Kapillyar kolonkalar ichki diametri 0,3-0,5 mm o'lchamdagi shisha, zanglamas po'lat yoki mis naylardan iborat bo'lib, uzunligi 20-100 m gacha goxo 200 m gacha bo'lishi mumkin. Bunday kolonkalarining ichki satxiga yupqa qatlam (0,2 mm) qo'zg'almas suyuq faza joylashtiriladi. Kapillyar kolonkalar uchun eng yaxshi material zanglamaydigan po'lat hisoblanadi, chunki uning ichki satxi silliqiligi uchun yaxshi effektivlik ta'minlanadi. Shisha naylar mo'rtligi tufayli ishlatish uchun noqulay hisoblanadi.



Qattiq sorbentlarning asosiy harakteristikalari

GSX da aniqlanuvchi aralashmaning ajralishi aralashma komponentlarining qo'zg'aluvchi gaz va qattiq sorbent ustiga shimdirilgan yoki kapillyar naychaga to'ldirilgan qo'zg'almas suyuq faza orasda uzluksiz qayta taqsimlanishi natijasida yuzaga keladi.

Qattiq sorbent GSX jarayonida qo'zg'almas suyuq fazani o'z sirtida saqlashidan tashqari tekshiriluvchi moddani optimal taqsimlanish sharoitini ta'minlashi xamda qo'zg'aluvchi – gazni va suyuq qo'zg'almas faza bilan qayta yuzada yaxshi bilan surkalishni ham ta'minlashi zarur.

Qattiq sorbent kimyoviy inert materialdan iborat bo'lishi minimal adsorbsion xususiyatga ega bo'lishi, yuqori mexanik mustaxkam bo'lishi, kichik solishtirma sig'im yuzasiga ($0,05-10\text{m}^2$) ega bo'lishi, yuqori darajada xo'llanuvchan bo'lishi, kamida $400-500^\circ\text{S}$ haroratda qizdirishga chidamli, yuqori harorat ta'sirida o'zgarmasligi zarur.

Qo'zg'almas suyuq fazalarning fizik-kimyoviy haraktristikasi

GSX da moddalarni tarkibiy qismlarga ajralishi qo'zg'aluvchi gaz bilan qo'zg'almas suyuq faza o'rtasida beto'xtov amalga oshadi. Qo'zg'olmas suyuq faza qattiq moddaga shimdirilgan bo'lishi yoki kolonka ichi to'ldirilgan bo'lishi mumkin. Bunda qo'zg'olmas suyuq faza katta yuzaga ega bo'lishi hamda gaz fazasi bilan yaxshi tegishini ta'minlanishi kerak.

Suyuq fazani ushlovchi modda ya'ni sorbent kimyoviy jihatdan inert, yaxshi xo'llanishi, sirt yuzasi $0,05$ dan $10\text{m}^2/\text{g}$ bo'lishi va yuqori haroratda parchalanmaligi lozim.

GSX tahlilida qo'zg'almas suyuq faza moddalarni ajralishiga sezilarli ta'sir ko'rsatadi. Kimyoviy tarkibiga bog'liq holda suyuq fazalar polyarlik darajalari bo'yicha farqlanadi.

Qo'zg'almas suyuq fazaga quyidagi talablar qo'yiladi:

1. Modda aniqlanadigan ishchi haroratda porlanmasligi kerak.
2. Aniqlanuvchi aralashma komponentlariga nisbatan etarlicha tanlash ajratish qobiliyatiga ega bo'lishi.
3. Kimyoviy inert va haroratga chidamli ishchi harorat ta'sirida qo'zg'almas suyuq faza kolonkadan 2–3 oy davomida foydalanishni ta'minlashi lozim.
4. Ishchi haroratda moddalar almashinuvida sezilmaydigan por bosimiga ega bo'lishi.
5. Qattiq sorbent yuzasi yoki kapillyar naycha ichki devorini yaxshi xo'llashi, shu bilan birga, kolonkani yaxshi effektivligini ta'minlashi.
6. Keng qo'llanadigan organik erituvchilarda yaxshi erishi.

Polyarlik darajasiga asosanib suyuq fazalar besh guruxga bo'linadi.

1. Qutbsiz (nopolyar) qo'zg'almas fazalar – parafinlar deb nomlanadi. Ularga skvalan, suyuq parafin, H, J, K, L, M, N, O apiezonlar, tozalangan vazelin moyi, geksadekan, geptadekan va boshqalar misol bo'ladi. Bular asosan qutbsiz yoki kam qutblanuvchi xususiyatli moddalarni ajratishda qo'llaniladi. Ularga uglevodorodlar murakkab efirlar, aldegidlar, ketonlar, ko'p atomli yog' kislotalarining murakkab efirlari va b.

2. Kam qutbli funksional guruxlar saqllovchi o'rtacha qutblanuvchi qo'zg'almas suyuq fazalar - qutbsiz va qutbli xususiyatga ega moddalarni ajratishda qo'llaniladi.

3. Molekulasida ko'p sonli yuqori qutbli funksional guruxlar saqlovchi qo'zg'olmas fazalar kuchli va kuchsiz qutblanuvchi moddalarni ajratishda qo'llaniladi.
4. Molekulalari tekshiriluvchi modda molekulalari bilan kuchli vodorod bog'lari hosil qiluvchi suyuq fazalar (glikollar, glitsirin va b).
5. Spetsifik xususiyatli suyuq fazalar. Bularda xromatografik ajralish jarayonida kompleks birikmalar hosil bo'lishiga asoslangan (kumush nitrati bilan to'yintirilgan glikollar).

Qattiq inert moddalarga suyuqlik fazani o'tkazish

Bu jarayon qattiq sorbent ustiga suyuq fazani bir xilda qoplanishini ta'minlashi lozim. Suyuq qatlamning bir xilligi kolonkalarining ajratish samaradorligiga kuchli ta'sir qiladi.

Suyuq fazani sorbent yuzasiga o'tkazishdan avval uning mos keluvchi erituvchida (spirt, atseton, benzol, xloroform, dixloretan, uglerodto'rtxlorid, metanol, dietil efiri, petroleyn efiri va b), eritmasi tayyorlab olinadi. SHundan so'ng u sorbent bilan aralashtiriladi. Suyuq fazani sorbentning yuzasiga o'tkazishning qulay va keng tarqalgan usuli bu erituvchini bug'latish yo'li bilan tayyorlash. Buning uchun tagi yumaloq kolbaga suyuq faza eritmasidan quyiladi va qattiq sorbent solinadi. Suyuq faza eritmasini qattiq sorbent hajmiga nisbatan 5-10% miqdorida ko'proq olinadi. Toki eritma sorbentni to'la qoplasin.

Kolbani tez-tez chayqatib turiladi va bu jarayon ko'p soat davot etadi. Keyin kolbani suv hammomiga tushiriladi yoki vakuum-nasosga ulab, organik erituvchi bug'latiladi. Hosil bo'lgan sorbentni quritish javonida erituvchi uchish haroratidan 10-50⁰S yuqori haroratda qizdiriladi.

Xozirgi vaqtda sanoat miqyosida suyuq faza bilan qoplangan tayyor sorbentlar chiqarilmoqda. Bu xromatografik kolonkalarni tayyorlash jarayonini ancha engillashtiradi.

Dori vositalarini GSX yordamida aniqlashda qo'llaniladigan kolonkalarni sorbent bilan to'ldirish

Qattiq sorbent – sferoxrom (zarrachalar o'lchami 0,2-0,3mm) quritish javonida 20-50⁰S haroratda 3 soat mobaynda quritiladi. CHinni tovoqcha 40-50ml xloroform va 1g vazelin moyi solinib, to vazelin moyi eriguncha aralashtiriladi. Unga 10g sferoxrom qo'shib aralashtiriladi. Keyin suv hammomiga qo'yiladi. Tovoqcha ichidagi moddalar vaqti-vaqti bilan aralashtiriladi. Qizdirish xloroform to'liq uchib ketguncha qadar davot ettiriladi.

CHinni tovoqchaga 80ml xloroform solinib, unga 1,4g parafin qo'shiladi. Parafin to'liq erib ketguncha aralashtiriladi. So'ng 28g sferoxrom-1 qo'shiladi va yaxshilab aralashtiriladi. Aralashma suv hammomida xloroform butunlay uchib ketguncha qizdiriladi. 0,6m uzunlikdagi kolonkani to'ldirish uchun vazelin moyi bilan tayyorlangan sorbentdan taxminan 9,6g sarf bo'ladi. 1,8m li kolonkani to'ldirish uchun parafinli sorbentdan taxminan 28-29g sarf bo'ladi.

Boshqa sorbentlarni tayyorlash uchun quyidagilar olinadi:

A) uch etilinglikol – 5,7g, qattiq sorbent-38g

B) benzildifinil – 3,8g, qattiq sorbent – 38g.

V) dinonilftalat-3,8g, qattiq sorbent – 38g.

Ularni ham parafinli sorbentga o'xshab tayyorlanadi.

Sorbentlar kolonkaga shisha yoki qog'oz voronka orqali solinadi va bu vaqtda sorbent bir meyorda to'lishi uchun yog'och yoki rezinka tayoqcha bilan kolonkaga urib turiladi. Kolonka og'izlari shisha paxta bilan berkiladi.

Xromatografik nasadkali kolonka

Zarrachalar kattaligi 0,25-0,5 mm bo'lgan inzim g'ishti yoki boshqa sorbentlar zarrachalarini 1:1 nisbatdagi xlorid kislotasi bilan 10 daqiqa qaynatib ishlanadi. Ishlov 2-3 marotaba qaytariladi, so'ng neytral sharoitgacha tozalangan suv bilan yuvilib, quritgich shkafida 120-150⁰S da quritiladi. Quritilgan inzim g'ishti yoki sorbent mufel pechida 3 soat 100-500⁰S issiqlikda qizdiriladi. Natriy ishqori va alkil sulfanatni natriyli tuzidan 0,1g dan olib 100 ml metil spirtida eritiladi.

30g qizdirib, sovutilgan inzim g'ishtini chinni tovoqchaga solib, unga 0,1g natriy ishqori va alkil sulfanatni natriyli tuzini saqlagan metanol eritmasidan 100 ml quyiladi. Aralashmali tovoqchani suv hammomida spirt uchib ketgunga qadar qizdiriladi.

6g tozalangan SHostakov balzami saqlagan 100 ml xloroform eritmaini ishlangan sorbent ustiga qo'yiladi. Aralashmadagi erituvchi uchib ketguncha qadar aralashtirib turiladi. Kolonkani 17-18g nasadka bilan to'ldiriladi. Maxsus asbob bo'lmagan taqdirda nasadkani joylashtirish maqsadida qattiq buyum bilan sekin-asta urib turiladi. To'ldirilgan kolonka xromatografga joylashtiriladi va ishchi haroratda kolonkaga 2-5 soat davomida azot gazi yuboriladi, o'zgaras O (nol) chizig'igacha) so'ng tekshiruv olib boriladi.

Alkilsulfatni natriyli tuzini olinishi

Alkilsulfat saqlovchi kir poroshogini metil spirti bilan ishlanadi. Eritma filtr orqali suzib, suv hammomida quruq qoldiq qolguncha bug'latiladi. Hosil bo'lgan sarg'imir qoldiq jihatidan sovigunga o'xshash bo'ladi.

Shostakov balzamini tozalash

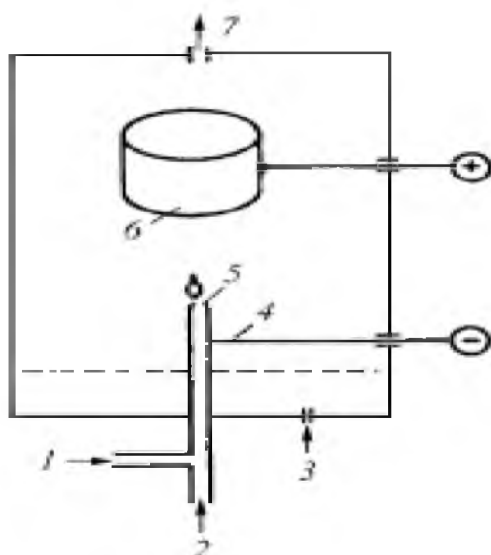
Balzamni suvchli (vakuum) nasos bilan ulangan xolda qaynayotgan suv hammomida 50-60⁰S haroratda qizdirib uchuvchan yot moddalardan tozalanadi. Nasadkani tayyorlash uchun boshqa reaktivlardan ham foydalanish mumkin. Qattiq sorbent sifatida sferoxrom (TND-TS-M-), rizorb, xromaton, xromasorb, teflonlardan qayta ishlovsiz foydalanish mumkin. Qo'zg'olmas faza sifatida molekulyar massasi 1000-5000 bo'lgan polietilenglikol ishlatilishi mumkin. Alkilsulfatlar bilan bir qatorda ditergentvin-60, tvn-80, skvalantlarni ishlatish mumkin.

Detektorlar

Detektorlar qo'zg'aluvchi gaz fazasini va ajralgan komponentlarning ma'lum bir xususiyatlarini aniqlaydi.

Komponentlarni aniqlash xromatografik kolonkadan chiqayotgan gaz oqimining fizikaviy, kimyoviy yoki fizik-kimyoviy xususiyatlarini o'zgarishi elektr quvvatiga o'tkazish hisobiga amalga oshiriladi. Detektor hosil qilgan signali orasidagi moddalar aralashmasini ajralish signalarini aniqlanadi. Signalning hosil bo'lishi modda aralashmasining u yoki bu o'lanayotgan parametri yoki xususiyatining o'zgarishiga bog'liq bo'ladi.

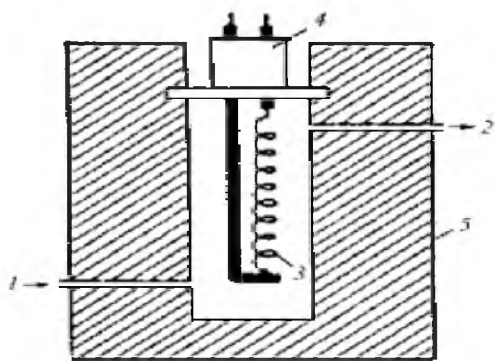
Detektorning elektr signali sistemaning fizik-kimyoviy xususiyatlari: zichlik, issiqlik-o'tkazuvchanlik, issiqlik ta'sirida ionlanish kabi o'zgarishi natijasida hosil bo'ladigan detektorning elektr signalini-xromatogrammani yozib oluvchi qurilma yordamida belgilanadi. Xromatogrammani tahlil qilish aralashmadagi moddalarning sifat va miqdoriy tahlilini bajarish imkoniyatini beradi.



6-rasm. Alangali-ionizatsion detektor sxemasi

1 –vodorod kiritilishi; 2 – xromatografik kolonkadan kelaetgan gaz okimi; 3 – xavoning kiritilishi; 4 – katod; 5 – gaz alangasi; 6 – yiguvchi elektrod; 7 – enish maxsulotlarining atmosferaga chikarilishi

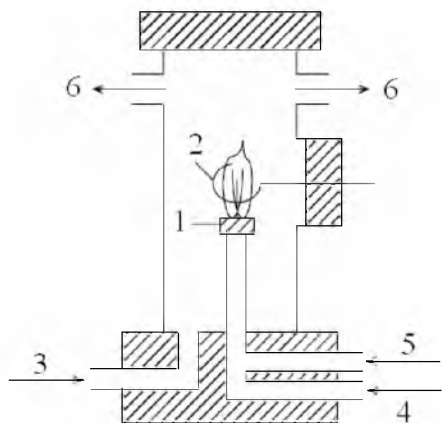
Gaz-xromatografik tahlilda bir-biridan ish bosqichlari va tuzilishi jihatidan farqlanadigan: katorometrlar, alanga ionizatsion, elektron ushlab qoluvchi detektorlar, termoion detektorlar va alangali fotometrik detektor



5-rasm. Katarometr sxemasi:

1 – xromatografik kolonkadan kelaётgan gaz okimi; 2 – maxsulotning atmosferaga chikarilishi; 3 – karshilik simi; 4 – izolyator; 5 – metall blok

yoki radikallar hosil bo‘ladi), zaryadlangan zarralarning hosil bo‘lishi alanganing elektr o‘tkazuvchanligini o‘zgartiradi. Alanganing elektr o‘tkazuvchanligi yongan modda miqdoriga proporsional ravishda ortadi.



7-rasm. Termoion detektor sxemasi:

1- tuzli manba; 2 - elektrod-kollektor; 3- havo oqimi; 4- N_2 oqimi; 5- xromatografik kolonkadan kelayotgan gaz oqimi; 6 – mahsulotlarining atmosferaga chikarilishi.

yordamida aniqlanadi. Radioaktiv nurlanish manbaalari sifatida N^3 , N^{63} , Sr^{60} va boshqalarni olinishi mumkin. Ushbu detektorda hamma neytral molekular ham elektronlarni ushlab qola olmaydi. Bu xususiyatga tarkibida (Cl, P, N_2 , S, O_2) ba’zi bir elementlar atomlari tarkibida bo‘lgan molekular yoki ma’lum ($COOH$ NO_2) funksional guruhlar birikmalari ega.

Detektorlar signallarini yozib oluvchi qurilma

Detektorlar signali to‘g‘ridan-to‘g‘ri yoki kuchaytirgich orqali yozib oluvchi qurilma – registratorga beriladi. Ko‘chaytirgichga kelayotgan tok $10^{-3} - 10^{-10}$ A atrofida bo‘lib, uni bir necha millivoltgacha kuchaytiriladi. Signallarni aniqlashda ko‘proq yozib oluchi qurilma - potensiometrlar ishlatiladi.

GSX da moddalar sifatini aniqlash bosqichlari

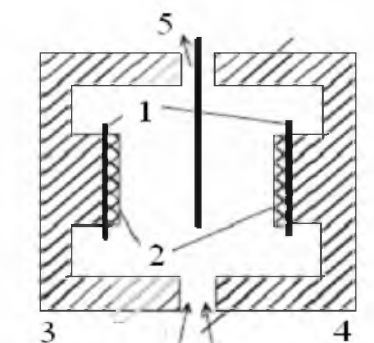
Katorometr issiqlik o‘tkazuvchanlikni aniqlovchi detektor bu detektorning ishlash tartibi o‘tkazuvchilarni elektr qarshiligini, gazlarni issiqlik o‘tkazuvchanligiga bog‘liqligiga asoslangan. Katorometr yordamida toza qo‘zg‘aluvchi gazning issiqlik o‘tkazuvchanligi va qo‘zg‘aluvchi gaz fazasini tahlil qilinayotgan modda bilan aralashmasi issiqlik o‘tkazuvchanligi orasidagi farqi o‘lchanadi.

Alanga ionizatsion detektor-vodorod alangasida organik moddalar molekularning ionizatsiyalanishi natijasida hosil bo‘ladigan tok quvvatini o‘lchashga asoslangan. Toza vodorod yonganida ionlar deyarli hosil bo‘lmaydi. Shuning uchun vodorod alangasining elektr o‘tkazuvchanligi juda kichik. Vodorod alangasida yonuvchi moddalarning ionlanishi engil ko‘chadi (ionlar

Termoion detektor – alanga ionizatsion detektorning modifikatsiyasi bo‘lib, fosfor, azot va galogenlarga nisbatan yuqori sezgirlikka egadir. Termoion detektorning ishlash bosqichi vodorod alangasiga element-organik birikmalarning tushishi natijasida ishqoriy metallar tuzlarini ionlanishining ortishiga asoslangan.

Elektron ushlab qoluvchi detektorda

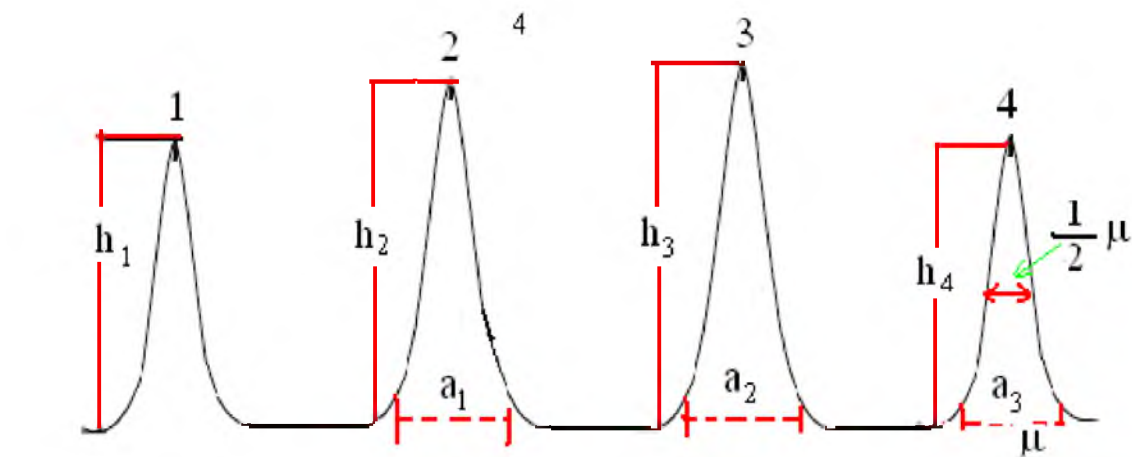
– radioaktiv nurlanish ta’siri ostida ionlar hosil bo‘ladi. Bu ionlarning elektr o‘tkazuvchanligi elektrodlar



8-rasm. Elektron ushlab qoluvchi detektor sxemasi: 1 – eletrodlar (anod); 2 – radiaktiv manbaa (Ni^{63}); 3- produvochniy gaz; 4- gaz tashuvchi; 5 – maxsulotning atmosferaga chikarilishi;

Detektorlardan olingan signalning gaz oqimi hajmiga yoki kolonkadan ajralayotgan moddaning kolonkada ushlanish vaqtiga bog'liqligini ko'rsatuvchi egri ajralish chiziqlari yoki xromatogramma deb ataladi.

Diagramma tasmasidagi to'g'ri chiziq kolonkadan o'tayotgan gaz oqimi tozaligini, 1-chi cho'qqi kolonkadan chiqayotgan yutilmagan havoni yoki eritmani, 2-,3-,4-chi va hokozo cho'qqilar kolonkadan ajralib chiqayotgan alohida moddalarni signalini ko'rsatadi.



Xromatogramma chizmasi quyidagi parametrlar bilan harakterlanadi cho'qqi yuzasi(S) yoki balandligi (h), asosi (a), cho'qqi balandligining yarim kengligi ($\frac{1}{2}\mu$) va cho'qqining xromatogrammadagi joylashgan o'rni. Balandlik yoki cho'qqi yuzasi kolonkadan chiqayotgan modda miqdoriga bog'liq. Cho'qqining xromatogrammadagi joylashuvi va uning kengligi ajralishni harakterlaydi. Balandlik deb cho'qqining uchidan to asosigacha bo'lgan masofaga aytiladi.

Cho'qqining yarim kengligi bu konturdagi nuqtalar balandliklarining yarmidagi masofa bilan belgilanadi.

Cho'qqi bilan asosi o'rtasida joylashgan yuzaga cho'qqi yuzasi deyiladi va u turli usullarda elektron detektor qo'llab, planimetrik usulda, cho'qqini qirqib va og'irligini tortib aniqlash, Kandel-Bosh usuli bilan, uchburchak ko'rinishidagi usul bilan o'lchanadi.

Lekin amaliyotda xromatografik cho'qqi yuzasini formula bo'yicha hisoblanadi.

$$S = h \cdot \frac{1}{2} \mu$$

GSX usuli bo'yicha moddalarni ajratish imkoniyatini uch faktor bilan belgilanadi: ajratish koeffitsienti, kriteriy yoki ajralish darajasi va kolonka effektivligi (ish unumi).

1. Ajratish koeffitsienti α ikki ajraluvchi moddalar ushlanish hajmlarining nisbatidan kelib chiqadi:

$$\alpha = \frac{V_1}{V_2}$$

2. Ajralish kriteriysini quyidagi formula bilan ifodalanadi.

$$K_1 = \frac{V_R}{\frac{1}{2} \mu_{(1)} + \frac{1}{2} \mu_{(2)}}$$

Bu erda $\frac{1}{2} \mu_{(1)}$ va $\frac{1}{2} \mu_{(2)}$ moddalar xromatografik cho'qqi balandlikning yarmida bo'lgan kenglik,

ΔV_R - birinchi va ikkinchi aralashma moddalarining ushlanish hajm ko'rsatkichlarining farqi.

Agar aralashma komponentlari ajralsa, cho‘qqilar maksimumlari orasidagi masofa Δl cho‘qqilar yarim balandlikdagi kengliklari yig‘indisidan katta bo‘ladi.

$$\Delta l > \frac{1}{2}\mu(1) + \frac{1}{2}\mu(2)$$

Agar cho‘qqilar maksimumlari orasidagi masofa yarim kengliklari yig‘indisiga teng bo‘lsa,

$$\Delta l > \frac{1}{2}\mu(1) + \frac{1}{2}\mu(2)$$

$$K_1 = \frac{\Delta l}{\frac{1}{2}\mu(1) + \frac{1}{2}\mu(2)} = \frac{\Delta l}{\Delta l} = 1$$

Moddaning xromatografik kolonkada ushlanish vaqti, moddani xromatografik kolonkaga yuborilgandan uni kolonkadan eng ko‘p miqdorda chiqishigacha bo‘lgan vaqt t^0 bilan belgilanadi. Xaqiqiy ushlanish vaqtini olingan modda ushlanish vaqti bilan kolonkadagi yutilmaydigan (adsorbsiyalanmaydigan) gaz yoki erituvchi ushlanish vaqtlarining farqni (o‘lik vaqtni) ko‘rsatadi.

$$t_{xak} = t_m - t_R$$

Ushlanish masofasi xam sifat harakteristikasi xisoblanadi.

$$l_{xak} = l_m - l_R$$

Bir xil sharoitda olib boriladigan xromatografik ajratish (kolonka uzunligi uni to‘ldirish, harorat va gaz fazasi oqimining tezligi, diagramma tasmasining yurish tezligi), ushlanish vaqti va masofasi berilgan modda uchun xos kattalik hisoblanadi.

Gaz xromatografik usulda modda aralashmalarini ayrim komponentlariga ajratishda asosiy jarayon xromatografik kolonkada bo‘lib, unda quyidagi ko‘rsatkichlar inobatga olinadi.

L – kolonka uzunligi yoki sorbentni o‘lchami, sm

S – egallagan hajmi, sm^2

X – gaz va qo‘zg‘aluvchi faza hajmi

V_j – qo‘zg‘almas fazani egallagan hajmi, sm^3

V_r – gaz fazasini egallagan hajmi, sm^3

X_i – suyuq fazani egallagan hajmi, $[X_i=1-X]$

$$V_j = X_i \cdot L \cdot S$$

$$V_r = X \cdot L \cdot S$$

Kolonkadan chiqayotgan gaz detektor orqali o‘tish jarayonida ma’lum cho‘qqilar shaklida chiqishi kuzatiladi. Bular o‘lchov asboblari yordamida tekshirilib aniqlanadi.

$$W = W_p \frac{P_o - P_v}{P_o} = \frac{T_k}{T_r}$$

W – kolonkadan chiqayotgan gaz miqdori

W_p - gazning sarflangan o‘lchami, sm^3/min

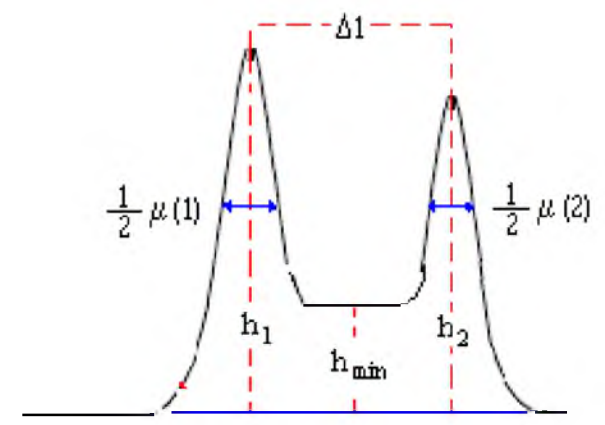
P_o – gazning kolonkadan chiqayotgan bosimi

P_v - suvning bosimi

T_k - kolonka harorati

T_r – sarflanayotgan suvning harorati

Ushlanish vaqti va masofaning turli omillarga bog‘liqligi amaliyotda xato xulosalarga olib kelishi mumkin. Shuning uchun ajralish jarayonini belgilovchi kattalik - ushlanish hajmi V_R dan foydalaniladi. Uni ushlanish vaqti bilan gaz fazasi oqimini hajmiy tezligi ko‘paytmasi ko‘rsatadi.



Aralashma komponentlari to'liq ajralmaganda o'lchash mumkin emas va bu xolda ikkinchi ajralish kriteriysi K_2 kiritiladi, $h_{\min}$ shu orqali to'liq ajralishi belgilanadi.

$$K_2 = \frac{h_2 - h_{\min}}{h_2}$$

h_2 - kichikroq cho'qqi balandligi.

$h_{\min}$ - cho'qqilar o'rtasidagi minimum balandlik.

K_2 - kattalik 0 dan 1 ga qadar K_1 ning o'zgarishiga va ajralayotgan komponentlar miqdori nisbatining o'zgarishiga qarab o'zgarishi mumkin.

Ushlanish kattaliklari xromatogrammaning to'liq harakteristikasini bermaydi. Chunki bir xil aralashmaning komponentlari ikki turli kolonkalarda bir xil ushlanish kattaliklariga ega bo'lsalar ham cho'qqilar ko'rinishi turli bo'lishi mumkin. Bir xil kolonkalardan keng ko'rinishda xromatografik cho'qqi chiqishi mumkin. Shu sababli to'liq harakteristika olish uchun qo'shimcha cho'qqilar xarakterini belgilovchi parametr kirgizilgan. Bu parametr **nazariy tarelkalar soni** deb ataladi (NTS).

Bir NTS ga mos keladigan kolonka uzunligi nazariy tarelka balandligi (NTB) deb belgilanadi.

Nazariy tarelkalar nazariyasini 1941 yilda J.P. Martin va R.Synge taklif qilishgan. Bu nazariyaga asosan xromatografik kolonka aloxida qatlamlardan (tarelkalardan) tashkil topgan deb qaraladi. Har bir qatlamni nazariy tarelka deb qarash qabul qilingan. Xromatografik kolonkalarining effektivligi kolonkaning birlik uzunligiga mos keladigan N.T.S bilan aniqlanadi. Kolonkaning birlik uzunligiga qancha ko'p NTS mos kelsa, xromatogramma cho'qqisi shuncha uchliroq va ingichkaroq xosil bo'ladi. NTS ni xromatogramma orqali quyidagi tenglamadan foydalanib topish mumkin.

$$N = 16 \left[\frac{X}{Y} \right]^2$$

Bu erda X - namuna kirgiziladigan nuqtadan to cho'qqi maksimumigacha bo'lgan masofa yoki ushlanish vaqti U - cho'qqi asosining kengligi (mm). Bu formula yordamida, cho'qqi asosi kengligini aniqlash uchun cho'qqi tomonlariga urinm o'tkazish kerak. Shuning uchun amaliyotda ko'proq quyidagi formula ishlatiladi.

$$N = 5,54 \frac{X}{\frac{1}{2}\mu}^2$$

Nazariy tarelka balandligi(N) kolonka uzunligiga(L) nazariy tarelkalar soniga(N) nisbati ko'rinishida aniqlaniladi.

$$H = \frac{L}{N}$$

Nazariy tarelkalar balandligi(N) - ni hisoblash optimal va effektiv xromatografik kolonkalarni tanlab olish imkoniyatini beradi.

Oddiy to'ldirilgan kolonkalarda nazariy tarelkalar soni 100-1000 kapillyar kolonkalar uchun 100 mingni tashkil qiladi, bir NTS ning eng kichik balandligi 0,1-0,2 mm ni tashkil qiladi.

21-MA'RUZA. GAZ XROMATOGRAFIK USULDA DORI VOSITALARI CHINLIGINI VA MIQDORIY TAHLIL QILISH ASOSLARI.

Ma'ruza rejasi:

1. Gaz xromatografiyasida sifat va miqdor tahlil usullari:

- sifat tahlili,
- xromatografik pik yuzasini aniqlash,
- miqdor tahlili,
- ichki standartlash usuli,
- absolyut kalibrlash usuli,
- ichki normalizatsiya usuli.

Tayanch soʻz va iboralar: *Xromatogramma, xromatografik pik yuzasi, ushlanish parametrlari, mutloq kalibrlash, ichki standartlash.*

Gaz suyuqlik xromatografiyasida moddalarni sifat va miqdoriy taxlil usullari.

Sifat tahlili. Xozirgi vaqtda GSX usulda moddalarni ham sifat xam miqdoriy aniqlash usuli keng qoʻllanib kelinmoqda. Moddalarni GSX usuli bilan aniqlashning turli yoʻllari mavjud.

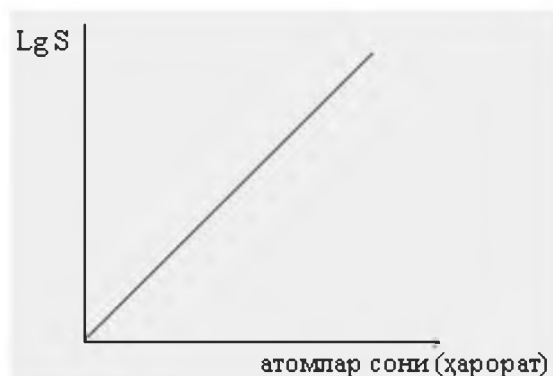
- ushlanish parametrlari asosida aniqlash.
- standart moddalar yoki ularning aralashmalari bilan taqqoslash.
- kimyoviy reaksiyalarni xromatografik kolonkagacha va undan chiqqandan keyin qoʻllash.
- GSX ni boshqa fizik-kimyoviy usullar (UB, IK-spektroskopiya, mass-spektroskopiya) bilan birga qoʻllash.

Ajratilayotgan aralashma komponentlarini aniqlash uchun ushlanish vaqti va masofasi, va boshqa kattaliklari qoʻllaniladi. Buning uchun boʻlinishning mutloq bir xil sharoitlarida etalonning va noʻmalum komponentning kattaliklari taqqoslanadi. Oʻrganilayotgan noʻmalum komponent va etalonning ushlanish parametri choʻqqilari oʻlchamlarining tengligi bir xil gomogenik qatordagi moddalar uchun chinligini aniqlash asos boʻlishi mumkin. Agar ushlanish parametrlari boʻyicha modda chinligini aniqlash shubxa tugʻdirayotgan boʻlsa, oʻrganilayotgan komponent xromatografik choʻqqisini koʻrinishi va balandligi xolatlarini kuzatiladi. Noʻmalum komponentni qoʻshilgan etalon bilan chinligi oʻrganilayotgan moddaning choʻqqisi kattalashishi yarim balandligidagi kengligi esa oʻzgarmay qolishi lozim. Modda chinligini aniqlash uchun qoʻshimchalar qoʻshish usuli turli-qutbli va qutbsiz moddalar bilan toʻldirilgan bir nechta kolonkalarda tekshirilib koʻriladi.



9-rasm. GSX xromatogrammasi

Moddani aniqlash uchun koʻpincha ushlanish parametrlari logarifmli koʻrsatkichi, hamda oʻrganilayotgan komponentlarning boshqa fizik-kimyoviy xususiyatlari (uglerod atomining soni, qaynash harorati va b.) orasidagi bogʻlanishlar qoʻllaniladi.



Xromatografik bo'linish va kimyoviy reaksiyalarni birgalikda ishlatilganda GSX ning samaradorligi ortadi.

Kimyoviy reaksiyalar quyidagi maqsadlarda ishlatiladi.

- 1) GSX usulini qo'llash mumkin bo'lmagan moddalar tahlili uchun (masalan: polimerlar analizi, uchmaydigan moddalar tahlili).
- 2) Qiyin bosqichni osonroq va qulay aniqlash usullariga keltirish (masalan: spirlarni nitrit kislota efirlariga o'tkazish).
- 3) Noma'lum komponentlar cho'qqilar chinligini gurux yoki selektiv sorbentlarni qo'llash yo'li bilan (masalan: slefinlar uchun sulfat kislota).

GSX da kimyoviy reaksiyalarni qo'llanilishi reaksiya GSX nomini oladi. Unda piroliz keng qo'llaniladi. Pirolizni ma'lum sharoitlarda o'tkazilganda modda aniq usul bilan metabolitik bo'linadi. Bo'linish moddalari analizi natijasida boshlang'ich moddalarning tarkibi va strukturasi haqida xulosa chiqarish mumkin. Piroliz maxsulotlarini xromatogrammasi pirogramma deb ataladi.

Reaksiya GSX da gidratlash va degidratlash, degidrotatsiyalash va dekarboksillash, sovunlash va oksidlash reaksiyalari xam qo'llaniladi. Reaksiya GSX ning eng oddiy turi bo'lib, xromatografik kolonkalardan chiqayotgan cho'qqini funksional guruxlarga xos taxlil qilish xisoblanadi. Yuqorida ko'rsatilgan barcha kimyoviy reaksiyalar xromatografik kolonka tashqarisida o'tkaziladi va kimyoviy o'zgarishlardan keyingi reaksiyalar natijalari boshlang'ich xromatogramma bilan taqqoslanadi. Bunda detektordan keyingi gaz oqimi taqsimlovchi tarmoq yordamida probirkalar (tutuvchilar) majmuasi bilan bog'lanadi. Probirkalar majmuasiga xulosadan oldin yangi tayyorlangan spetsifik gurux reaktiv eritmaları joylashtirilgan bo'ladi. O'rganilayotgan modda chinligini o'ziga xos cho'kma hosil bo'lishi yoki rang hosil bo'lishiga qarab aniqlanadi.

Funksional guruxlar tahliliga xos reaksiyalarning harakteristikasi.

<i>Birikmalar guruxi</i>	<i>Reaktivlar</i>	<i>Reaksiya natijasi (cho'kma yoki rang)</i>
Spirlar	$K_2CrO_7 + H_2SO_4$	Ko'k rang
Aldegidlar	2,4 – dinitro fenilgidrazin	Sariq cho'kma
Galogenlar xosilasi	$AgNO_3$ spirtidagi eritmasi	Oq cho'kma
Efirlar	Temir gidroksomati	Qizil rang

Guruxiy tahlil reagentlarini qo'llab xromatografik kolonkadan chiqayotgan ma'lum bir sinf birikmalariga kiruvchi moddalarni aniqlash mumkin. Oxirgi yillarda GSX usulida modda taxlili IK, UB-spektrometriya, mass-spektrometriya usullari bilan birgalikda qo'llanilmoqda. Uch asbobni-xromatograf, IK-spektrometr va mass-spektrometr kombinatsiyasi barcha qo'shilmalarni aniqlash imkoniyatini beradi.

Miqdoriy tahlili. Xromatogrammani miqdoriy interpretatsiyasi xromatografik tahlilning muxim qismi hisoblanadi.

Miqdoriy gaz-xromatografik tahlil usuli yordamida quyidagi aniqlash operatsiyalarini bajarish mumkin:

1) aralashmaning bir, bir necha yoki barcha tarkibiy qismlarini aniqlash, bu masalalar ko'p tarkibli dori shakllarini (tabletkalar, aralashmalar), ingredientlarini miqdoriy aniqlashda, uning sintezida asosiy moddani xosil bo'lishini aniqlashda xal qiluvchi ahamiyatga ega.

2) ayrim moddalar va turli muxitlardagi kichik qo'shimchalar tarkibini aniqlashda (masalan: xavodagi mayda aralashmalar

miqdorini aniqlashda, organizm suyuqliklarida, dori moddalari metabolitlarini aniqlashda) farmakokinetika, farmakodinamika qonuniyatlarini hal qilishda.

3) Aralashmaning ja'mi tarkibini aniqlashda (masalan: o'simliklardagi alkaloidlarning umumiy miqdorini aniqlash).

GSX dagi miqdoriy taxlil xromatogrammadagi aralashmaning har bir tarkibiy qismi cho'qqilarining balandligi va yuzasi, uni tashkil etuvchining o'rganilayotgan aralashmadagi konsentratsiyasiga to'g'ri proporsionalligiga asoslangan.

1. Xromatografik cho'qqi yuzasini aniqlash

Xromatografik cho'qqilar ko'rinishiga va bo'linish o'lchamlariga bog'liq xolda cho'qqilar yuzasi quyidagi usullarning biri bilan o'lchanadi.

1. Cho'qqilarni planimetrlash (o'lchash).

2. Kontur bo'yicha diagramma qog'ozini qirqib olingan xromatogramma cho'qqilarini torozida o'lchash yoki tortish.

3. Cho'qqi balandligini yarim balandlik darajasidagi kengligiga ko'paytirish.

$$S = h \cdot \frac{1}{2}\mu$$

4. Balandlikni bir necha darajalarda o'lchangan kenglikning o'rtacha qiymatiga ko'paytirish. Bu usulning variantlaridan biri bo'lib, Kendal Bosh usuli hisoblanadi.

Bu usulga ko'ra cho'qqi yuzasi o'lchangan kenglik kattaligini balandlikka ko'paytmasini yarmiga teng.

$$S = h \frac{\mu_{0,15} + \mu_{0,85}}{2}$$

5. Cho'qqini oddiy shakllarga bo'lish yo'li bilan aniqlash.

6. Egri chiziq burilish nuqtalariga o'tkazilgan urinma natijasida xosil bo'lgan uchburchak yuzasini o'lchash.

7. O'zi yozuvchi asbob bilan sinxron ishlovchi elektron integrator yordamida aniqlash.

Gazoxromatik tahlil amaliyotida miqdor aniqlash uchun 3 xil usulda keng foydalaniladi.

1. Ichki standartlash usuli.

Ichki standartlash usulining mohiyati shundaki, boshlang'ich moddaga miqdori aniq bo'lgan standart modda qo'shiladi. Hosil bo'lgan ichki standart qo'shilgan modda xromatografiyalashda va xromatogrammada aniqlangan cho'qqilar va standart moddaning parametrlari o'lchanadi.

Aniqlangan komponentni tarkibi R_1 quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$P_1 = \frac{K_1 S_i}{K_{st} \cdot S_{st}} \cdot 100. R$$

K_{st} , K_1 - detektorning sezgirligiga bog'liq bo'lgan aniqlanayotgan komponent va ichki standart cho'qqilari yuzasiga tutashuvchi koeffitsient S_i , S_{st} - mos cho'qqilar yuzasi.

R - taxlil qilinayotgan modda massasining (standartsiz) ichki standart massasiga nisbati koeffitsientlari

$$K_i = \frac{S_{st} S_1}{S_i \cdot S_{st}}$$

formulasi bilan topiladi.

S_1 , S_{st} - aniqlanadigan modda va ichki standartning konsentratsiyasi.

K_{st} - qiymatini 1 ga teng qilib qabul qilingan.

K - ni hisoblash uchun taxlil qilinayotgan va standart moddaning aniq ma'lum bo'lgan miqdori oldindan xromatografiyalanadi.

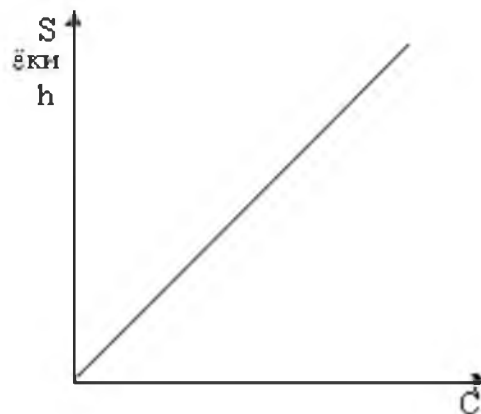
2. Mutloq kalibrlash usuli.

Ushbu usul qo'llanilganda oldidan xromatografik cho'qqi yuzasi yoki balandligini modda miqdoriga bog'liqlik chizmasi chizib olinadi.

Agar h bog'liqlik chiziqli bo'lsa, K koeffitsent (kalibrllovchi ko'paytma) ni hisoblab, tekshirilayotgan modda konsentratsiyasini formuladan foydalanib aniqlash mumkin.

$$S = h \cdot \frac{1}{2} \mu \quad \text{yoki} \quad S = h \cdot \frac{\mu_{0,15} + \mu_{0,85}}{2}$$

Mutloq kolibrlash usulini qo'llaganda, o'rganilayotgan modda miqdorini aniq belgilash va xromatografiyalash shartlarini aniq bajarish lozimdir.



3. Ichki tenglashtirish usuli.

Bu usulda xromatogrammadagi barcha chiziqlar (yoki balandliklar) yuzasi 100% ga teng deb qabul qilinadi. Har bir xususiy tashkil etuvchini konsentratsiyasini quyidagi formula bilan hisoblanadi:

$$S_i(\%) = \frac{K_i S_i(h_i) \cdot 100}{\sum K_i S_i(h_i)}$$

GSX usuli rivojlanishi hisoblash hozirgi davrda kimyoviy birikmalarni taxlil qilishning eng keng qo'llaniladigan va qulay usuli bo'lib qoldi. Bu usul taxlili boshqa kimyoviy va fizik-kimyoviy usullar bilan birga bajarilishi murakkab bo'lgan ko'p komponentli moddalar aralashmasini, dori moddalari metabolitlarini ajratishda va aniqlashda samarali natijalar beradi.

Gaz suyuqlik xromatografik usuli boshqa xromatografik usullardan quyidagi afzallikka ega:

1. Universal xolatga ega. Har xil gazlar, suyuq va qattiq moddalarni va aralashmalarni ajratish va tahlilini olib borish mumkin. Unda ular uchuvchi va haroratga chidamliligi inobatga olinadi. Hozirgi paytda 98% tahlil neft kimyosi va gaz sanoatlarida gaz-suyuqlik xromatografik usulida tasdiqlanmoqda.
2. Xromatograflarda qo'llanilayotgan kolonkalarini yuqori ajratuvchanlik va komponentlarni to'liq tasdiqlab berish xususiyatiga ega. Masalan: gaz suyuqlik xromatografiya usuli yordamida bir soat ichida neft tarkibidagi bir necha yuz moddalarni tahlilini olib borish mumkin. Qo'llanilayotgan gazlarni kam qovushqoqligi kolonkalarini uzaytirishga va shunga asosan moddalarni to'liq ajralishiga erishiladi.
3. Tajribalarni olib borishda tarkibidagi moddalar soniga qarab tez olib borilishi, ayrim xolatlarida daqiqalar oralig'ida to'liq natijaga ega bo'lishga erishiladi.
4. Usul sezgirligi bo'yicha juda yuqoridir. Hozirgi paytda shunday detektorlar borki, ular modda konsentratsiyasini 10^{-13} g xam aniqlashga egadir. SHunga asosan usulning eng afzalligi metabolitlarni aniqlashda va biologik suyuqliklar tarkibidan, atmosferadagi, sanoatda ishlab chiqarish havosini tozaligini tahlil qilishda va polimerlar ishlab chiqarishda keng foydalaniladi.
5. Boshqa fizik-kimyoviy tahlil usullariga nisbatan gaz-suyuqlik xromatografik usuli o'zining tuzilishi hamda ishlash bosqichlari ishonarli bo'lganligi uchun afzaldir.
6. Foydalaniladigan moddalarni kam miqdorda sarflanishi tahlil uchun 10^{-4} g miqdorda og'irlik sarf bo'ladi.
7. Yuqori sezgirlikni va aniqlikka ega. O'rtacha xatolik 15% ni tashkil etadi. Hozirgi xromatograflar $\pm 1,0-1,5\%$ xatolik darajasida tahlil qiladi.

Gaz xromatografiyasining uchuvchan moddalar tahlilida qo'llanilishi.

Alkaloidlarni, vitaminlarni, garmonlarni, glikozidlarni, saponinlarni, antibiotiklarni, pirimidin xosilalarini, fenotiazin xosilalari, 1,4-benziazepin xosilalari, kumarin larni, anestetiklarni, sulfanilamin xosilalarini GSX usulida tahlil qilish mumkin.

Sanoatda, laboratoriyalarda, tibbiy amaliyotda va xonodanlarda qo'llaniladigan uglerod, uchuvchan spirtlar (etanol, vino spirti, etil alkogoli) turli-tuman spirtli ichimliklar tarkibiga kiradi.

Sud-tibbiyot amaliyotida tekshiriladigan va o'limga olib kelgan zaharlanishlarni 60% ni etil spirti bilan zaharlanish xollari tashkil qiladi.

Toksik dozalarda etil spirti qabul qilinganda o'lim xolatiga olib keluvchi zaharlanish sodir bo'lishi mumkin. Zaharli moddalarni sud kimyo skriningini har tomonlama va chuqur o'rganish toksikologik kimyoning etakchi yo'nalishlaridandir. Xozirgi paytda turli spirtlardan zaharli va kuchli ta'sir etuvchi moddalar, shu jumladan uchuvchi zaharlarni toksikologik kimyo taxlilida sistemalash, integratlashda oshish, katta aniqlik talab qilmoqda.

Shularga asoslanib gaz xromatografiyasi usulini etarli darajada biologik ob'ektlardan: qon, peshob va distillyatlarda spirtlarni taxlil qilish usuli deb xisoblash mumkin.

1,2 – dixloretanni sifat va miqdorini aniqlash uchun nasadkali xromatografik kolonkada tayyorlash

Qattiq sorbent zarracha o'lchami 0,2-0,3 mmk ga sferoxrom quritish shkafida 200⁰S haroratda 3 soat davomida quritiladi. Chinni tovoqcha 40-50 ml xloroform va 1g vazelin yog'idan quyib vazelin yog'i to'liq eriguncha aralashtiriladi, 10g quritilgan sferoxrom qo'shiladi, aralashtiriladi va suv xammomiga qo'yiladi. Tovoqchadagi aralashma doimiy aralashtirib turiladi. Qizdirish xloroform xidi to'liq yo'qolguncha davom ettiriladi.

Chinni tovoqcha 80 ml xloroform va 1,4g parafin solinib, parafin to'liq eriguncha aralashtiriladi, so'ng 28g sferoxrom-1 qo'shiladi. Aralashmali tovoqcha suv xammomiga qo'yiladi va xloroform to'liq uchiriladi.

60sm uzunlikdagi kolonkani tayyor vazelin yog'i shimdirilgan sorbent bilan to'ldirish uchun 9,6g, 1,8g kolonkani parafin shimdirilgan sorbent bilan to'ldirish uchun 28-29g zarur bo'ladi.

Fenotiazin xosillarini GSX dagi tahlili

K.D.Rakech o'z xodimlari bilan birga 16-ta fenotiazin hosilarini gaz xromatografik ajralish sharoitlarini o'rgandilar. O'rganilayotgan fenotiazin hosilalari brosilikat oynadan 0,05% silikon SE-30 saqlovchi shisha zarrachalari bilan to'ldirilgan kolonkada turli haroratlarda xromatografiya qilinadi. Qo'zg'aluvchi gaz-argon, oqim tezligi – 40ml/min, stronsiy-90 saqlagan alanga-ionizatsion detektor. Tekshiriluvchi namuna xromatografga tuz va asos xoldagi moddalarni atsetonli yoki spirtli eritmaları xolida yuborilgan va ushlanish parametrlari (vaqti) aniqlangan.

C. L. Bramlett fenazin, prometazin, xlorpromazin, promazin va levopromazinlarni tabletka va kapsula dori formalarida GSX miqdoriy tahlil usulini yaratdi. Tabletka yoki kapsuladagi dori formasi suvda eritilib va fenotiazin xosilalari ishqoriy muxitda efir bilan ekstraksiyalanib, efir qatlami 30⁰S haroratda quriguncha porlatiladi, Qoldiq etilatsetatda eritilib alanga ionizatsion detektorli xromatografda tahlil qilanadi. Kolonka shisha (120x0,4sm) 5% apiezon L shimdirilgan anarkom AVS (100-110mesh) bilan to'ldirilgan, harorat 225-250⁰S, qo'zg'aluvchi gaz-azot.

Dori tarkibidagi mikrogramm miqdordagi fenotiazinni tez va spetsifik usulda sifat va miqdorini aniqlash usuli berilgan. Buning uchun tekshiriluvchi namuna maydalanib, 200 mkg fenotiazin saqlovchi aniq miqdor tortib olinadi. Xloroformda eritiladi va xromatografga yuboriladi, ichki standart sifatida promatazin gidroxloridi eritmasi qo'llaniladi. Aniqlash alanga-ionizatsion detektorli xromatografdan foydalaniladi.

Kolonka 5% apiezon L saqlagan gazoxrom G (100-120mesh) bilan to'ldiriladi. Kolonka harorati 215⁰S, detektor harorati – 230⁰S.

Uzoq vaqt trifalon iste'mol qilgan bemorlar qonidan perfenazin enantat miqdorini gaz suyuqlik xromatografik usulida aniqlash mumkin. Aniqlash bosqichida tekshiriluvchi qonga ichki standart sifatida aniq miqdorda flufenazin qo'shiladi, so'ng ishqoriy muhitda toluol bilan ekstraksiyalanadi, heptator moy angidridi bilan reaksiyaga kiritiladi, quriguncha porlatiladi, qoldiq toluolda eritilib xromatografga yuboriladi. Usul sezgir va o'ta spetsifik bo'lib, nanogramm miqdordagi perfenazinni aniqlash mumkin.

H.F. Proelss va H.J. Lohmann qon zardobidan ayrim fenotiazin xosilalarini sifat va miqdorini aniqlash uchun GSX usulini qo'llaganlar. Tekshiriluvchi fenotiazin xosilalari rN-8 muxitda efir bilan ekstraksiyalanadi. Erituvchi porlatiladi (yoki xaydab olinadi), qoldiq absolyut etil spirtida eritilib eritma xromatografga yuboriladi.

Qo'zg'almas faza: SE-30 1-3 va 5% miqdorida, OV-1-3 va 5%, GF-1-4,5 va 6%, kaliy ishqorlari, versamid-900 5%/2%; XE-60-3, 3,5 va 4% va OV-17 anakram ABS (100-110 yoki 90-100 mesh) yoki gazoxrom G (100-120 mesh) ga shimdirilgan xolda qo'llaniladi. jadvalda ayrim fenotiazin xosilalarini uch turdagi fazada ushlanish vaqti keltirilgan.

Ayrim fenotiazin xosilalarini xromatografiyalash sharoiti va ushlanish vaqtlari, daqiqa.

Birikmalar	5% OG'-1 210-240 ⁰ S azot, 100 ml/daqiqa		3,5% XE-60		3% OV -17	
	rR	rR fenatiazin	rR	rR- fenatiazin	rR	rR- fenatiazin
Fenotiazin	6,3	1,00	4,25	1,00	4,9	1,00
Triflyupromazin	8,0	1,23	2,50	0,59	5,4	1.10
promazin	10,0	1,54	3,75	0,88	8,25	1.69
xlorpromazin	16,0	2,46	6,00	1,41	15,6	3.21
triflyuferazin	22,0	3.38	9,00	2.12	22,5	4,62
tioridazin	-	-	35,0	8,24	23,0	4,71
trixlorparazin	-	-	21,5	5,06	30,1	6,17

Gaz suyuqlik xromatografiyasi xlorpromazin va uning metabolitlarini qondan ajratish va aniqlash uchun qo'llangan. Sutkasiga 100-250 mg xlorpromazin iste'mol qilgan bemorlardan olingan qon namunalari dixlormetan bilan avval ishqoriy muxitda, so'ng kislotali muxitda ajratiladi. Xatto eritrotsitlar xam o'rganilgan. Xlorpromazin 1,5% izoamil spirti saqlagan heptan bilan ekstraksiyalanadi. Taxlil sharoitlari: elektron zaxvat detektorli xromatograf, kolonkalar, kislota va 5% dimetildixlorsilan, gazoxrom R va O, yoki xromasorb L. Gazxrom R va O 3% versamid 900 bilan xromosorb L 0,75-1,5%, versamid 900 bilan ishlangan.

Dibenzazepinlar va benzodiazepinlar.

Gazoxromatografik usulda dibenzazepinlar va ularning metabolitlarini biosuyuqliklarda miqdorini aniqlash usullarini juda ko'p ishlarda ko'rish mumkin.

S.P.Akchurina va B.N.Izotovlar xlordiazepoksid va diazepamni qon plazmasidan, ularning metaboliti benzofenon asosida aniqlash metodikasini ishlab chiqishgan.

3- jadval

Ayrim fenotiazin xosilalarini GSX ushlanish parametrlari (vaqt,daqiqa)

Birikmalar nomi	Kolonka harorati ⁰ S		
	165 ⁰ S	180 ⁰ S	210 ⁰ S
Xlorpromazin	5,7	27	0,9

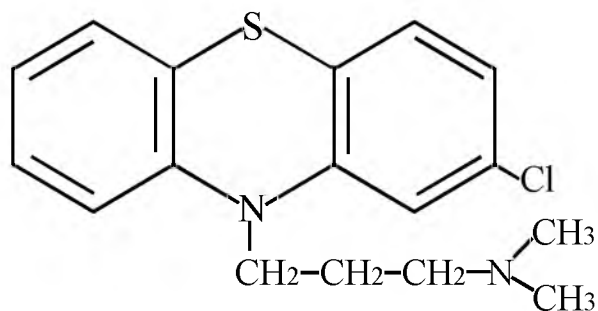
Xlorpromazin gidrokslorid	6,2	30	-
Etapromazin	3,7	-	-
Etapromazin gidrokslorid	4,1	20	-
Flyufenazin	13	-	6,6
Flyufenazin gidrokslorid	13	13	7,3
Mepazin	7,3	33	-
Mepazin gidrokslorid	7,7	35	-
Metoksipramazin	8,5	38	-
Metoksipramazin malsat	9,5	43	-
Perfenazin	13	-	13
Proxlorperazin	32	125	2,9
Proxlorperazin dimalsat	37	138	3,0
Proxlorperazin etandisulfant	13	-	2,8
Proxlorperazin digidrokslorid	13	-	3,1
Promazin	3,3	-	-
Promazin gidrokslorid	3,7	-	-
Prometazin	2,9	-	-
Prometazin gidrokslorid	3,0	-	-
Piratiazin	7,3	33	-
Piratiazin gidrokslorid	7,6	35	-
Tioproazat	13	13	13
Tioproazat digidrokslorid	13	-	-
Tioridazin	61	227	4,7
Tioridazin gidrokslorid	70	233	4,7
Triflyuperazina	12,1	53	1,4
Triflyuperazina digidrokslorid	12,4	57	1,7
triflyupramazin	2,2	-	-
triflyupramazin gidrokslorid	2,6	-	-
Trimeprazin	3,1	-	-
Trimeprazin tartrat	3,2	-	-

Buning uchun qon yoki qon plazmasi namunasi xloroform bilan ekstraksiyalanadi, erituvchi quruguncha xaydaladi, quruq qoldiqqa 6n HCl qo'shib, 120⁰S haroratda 20 daqiqa qizdirib gidrolizlanadi.

Gidrolizat muxiti rN=10-11 ga keltirilgach benzol bilan ekstraksiyalanadi. Benzol qatlami quruguncha porlatilgach, qoldiq atsetonda eritiladi va xromatografik tekshiriladi.

Xromatograf Svet-106, doimiy tezlikni kombinatsiyalovchi detektor, kolonka uzunligi 100sm x 0,35 mm, faza-3% polietilenglikol 20000 saqlagan xromaton N-AW-HMDS, zarrachalar o'lchami 60-75 mesh bilan to'ldirilgan 2-amino-5-5xlorbenzofenon (benzofenonxlordiazepoksidi). Kolonkaning ishchi harorati 190⁰S 2-metilomino-5-xlorbenzafenon (benzafenon diazepam) uchun esa 150⁰S. Detektor harorati 260⁰S, qo'zg'aluvchi gaz azot, 80 ml/daqiqa, ushlanish vaqti benzofenonxlordiazepoksidi uchun-12 daqiqa, benzofenon diazepam uchun-10 daqiqa.

Imipramin – va uning bazi asosiy metoboltilarini biologik namunadan aniqlash uchun sezgir bosqich ularni ekstraksiyalashga, so'ng GSX usulda aniqlashga asoslangan. Sezgirlik darajasi 0,01-0,05 mg gacha boradi. 2-oksi-dismetilimipramin uchun 0,2-0,3mg



GSX. 3% OV-255 saqlagan gazoxrom G (60-80mesh) bilan to'ldirilgan shisha kolonkada 235⁰S haroratda bajariladi, qo'zg'aluvchi gaz-azot, 100 ml/daqiqa tezlikda ushlanish vaqti oksazepam uchun 0,8 daqiqa, diazepam – 1,4 daqiqa, prazepam-2,4 daqiqa (ichki standart), N-dimetildiazepam-3,5 daqiqa, 3-oksidadiazepam-7,9 daqiqa.

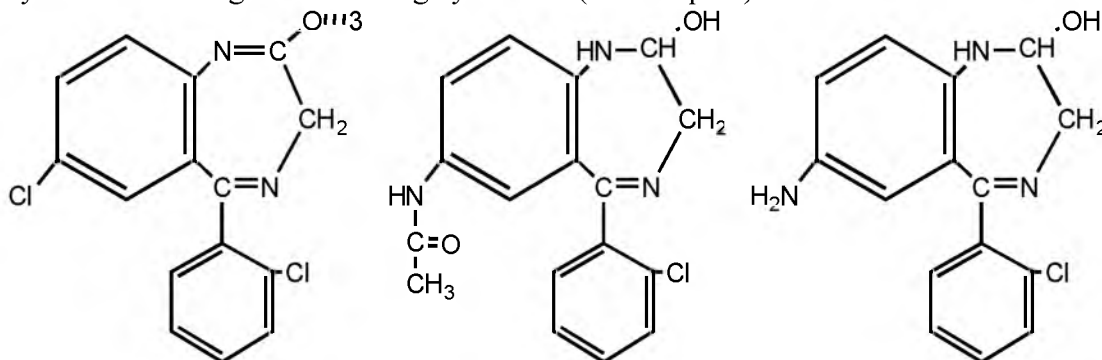
J. A. F. De Silva xodimlari bilan xakorlikda diazepam va N-metilli metabolitini qondan aniqlash texnikasini yaratdilar. Usul diazepamni benzafenon xosilasigacha girolizlab so'ng GSX usulda aniqlashga asoslangan diazepam to'g'ridan-to'g'ri xromatografik aniqlashga ham bo'ladi, lekin benzafenongacha gidrolizlansa sezgirlik 10 marta ortadi. Buning uchun qon namunasi efir yordamida ekstraksiyalanadi va ekstrakt 6n HCl eritmasi bilan ishlanadi. 1 soat davomida 100⁰S haroratda gidrolizlangach, hosil bo'lgan benzafenonni efir bilan ekstraksiyalanadi, aniqlash silan va 190⁰S haroratda 2% karbovaks M shimdirilgan gazxrom R bilan to'ldirilgan kolonkada bajarildi. Elektron yig'uvchi detektor yordamini yo ml qondagi 0,02-0,03 mkg moddani aniqlash mumkin. Metillangan 2-xlor-5-benzofenon uchun ushlanish vaqti 5,5 daqiqa, amino-2-xlor-5-benzofenon uchun 11,2 daqiqaga teng. Avtorlar oksibenzofenonni o'rganishmadi, chunki qonda gidrolilli metabolitlar aniqlanmagan.

Keyinchalik A.G. Howard xamkorlikda diazepamni va uning N-dimetil-diazepam, 3-oksidadiazepam va oksazepam ko'rinishidagi metabolitlarini qon zardobi va peshobdan tez ajratish usulini taklif etdilar. Buning uchun qon zardobi yoki peshob rN muxitini atsetatli bufer bilan 5,3 ga keltirib benzodiazepin glyukozidlarini gidrolizlash uchun β -glyukronidaza qo'shib 2 soat 37⁰S haroratda inkubatsiya qilindi. Ichki standart qo'shib etilbenzoat bilan ekstraksiyalanadi. Organik qatlam elektron ushlovchi detektorli xromatografda aniqlash uchun yuborildi.

Klonazepam va uning 2 ta asosiy metabolitlari odam qoni zardobidan ajratish va aniqlash usuli yaratilgan.

Qon zardobi ichki standart sifatida 7-aminoklonazepam qo'shib etilatsetat efiri bilan ajratib olindi.

1. Erituvchi azot oqimida porlatildi, qoldiq 0,01n xlorid kislotasi eritmasida eritildi va n-geksan bilan yuvildi. Kislotali suvli eritmadan klonozeepam va ichki standart toluol bilan ekstraksiyalanib xromatograf kolonkasiga yuborildi (klonozeepam).



Aniqlanuvchi fazadagi zardobga ikkinchi ichki standart 7-atsetiminoklonozeepam va aralashma rN muxiti 1m fosfat buferi qo'shib 7,4ga keltirildi. Klonozeepam metabolitlari va ichki standartlar toluol va etilatsetat efirining 1:1 nisbatdagi aralashmasi bilan ekstraksiyalandi, erituvchi porlatilib, qoldiq toluolda eritildi va metabolitlarni aniqlash uchun xromatograf kolonkasiga yuborildi.

Kolonka materiali 90 x 0,4 sm oʻdchamli shishadan yasalgan, 1% OV-17 saqlagan 100-120 mesh oʻlchamli seolit SΨ bilan toʻldirilgan. Kolonka harorati 270⁰S. Qoʻzgʻaluvchi gaz argon-metan 90:100, tezlik 80 ml/daqqa. Detektor elektron aniqlovchi.

Aniqlanish sezgirliigi 3-5 mg/ml boʻlib klonozepam isʼtemol qiluvchi bemorlar qon zardobidan aniqlash uchun etarli hisoblanadi.

Oksazepam, diazepam, N-dimetil – diazepam, N-metil-oksazepam va nitrozepamlarni sifatini va miqdorini aniqlash uchun takomillashtirilgan gazoxromatografik usul tavsiya etilgan. Bu ishda alanga-ionizatsion detektorli xromatograf qoʻllanilib, shisha nayli kolonka 3% OV-1 saqlagan 60-80 mesh zarrachali gazxrom – Ψ bilan toʻldirilgan.

Qoʻzgʻaluvchi tashuvchi gaz-azot, tezlik 22 ml/daqqa.

Kolonka harorati 245⁰S. Oʻrganilayotgan moddalar ajralishi ushlanish vaqtlari aniqlangan.

Ichki standart sifatida avtorlar 2-benzilamino-5-xlor benzofenon qoʻshilgan.

22-MAʼRUZA. GAZ XROMATO - MASS SPEKTROSKOPIK USULDA DORI VOSITALARI CHINLIK VA MIQDORIY TAHLIL QILISH ASOSLARI.

Maʼruza rejasi:

1. GXMS nazariy asolari
2. Gaz xromato mass spektrometrining tuzilish
3. GX-MS usulida moddalarning chinlik tahlili
4. GX-MS usulida moddalarning miqdoriy tahlili

Tayanch soʻz va iboralar: *GX-MS, Xromatogramma, xromatografik pik yuzasi, Mass spektr, ushlanish parametrlari, ichki standartlash.*

XROMATO-MASS-SPEKTROMETRIYA, aralashmalarini taxlil kilish usuli boʻlib organik moddalarni suyuqlik tarkibidagi oz mikdorini aniqlash imkonini beradi. Usul ikkita tahlil usulining kombinatsiyasiga asoslangan. Bu usullar - xromatografiya va mass spektrometriya. Birinchisi yordamida aralashma tarkibiy kislmlarga boʻlinadi, ikkinchisi yordamida moddaning tuzilishini, mikdorini aniqlash taxlil kilish mumkin. Xromatografiya-massa spektrometriyasining ikkita maʼlum variantlari mavjud, bu massa spektrometrining gaz yoki suyuq xromatografiya (GLS) yoki yukori samarali suyuqlikli xromatografiya bilan birikmasidir.

Farq shundaki, mass spektrometrining ion manbasida yuqori vakuum saqlanadi (10-5 - 10-6 Pa), xromatografik kolonkada esa bosim 105 Pa. Bosimni pasaytirish uchun molekulyar separator ishlatiladi. Uning bir uchi xromatografik kolonkaning chiqish joyiga ulangan boʻlsa, ikkinchisi bilan massa spektrometrining ion manbai bilan ulangan. yoqadi separator gaz oqimidan ustunni qoldirib, DOSni chiqaradi. tashuvchi gazning bir qismi va org. massa spektrometriga kirish. Bunday xolda, ustun chiqishidagi bosim massa spektrometridagi ish bosimiga qadar kamayadi.



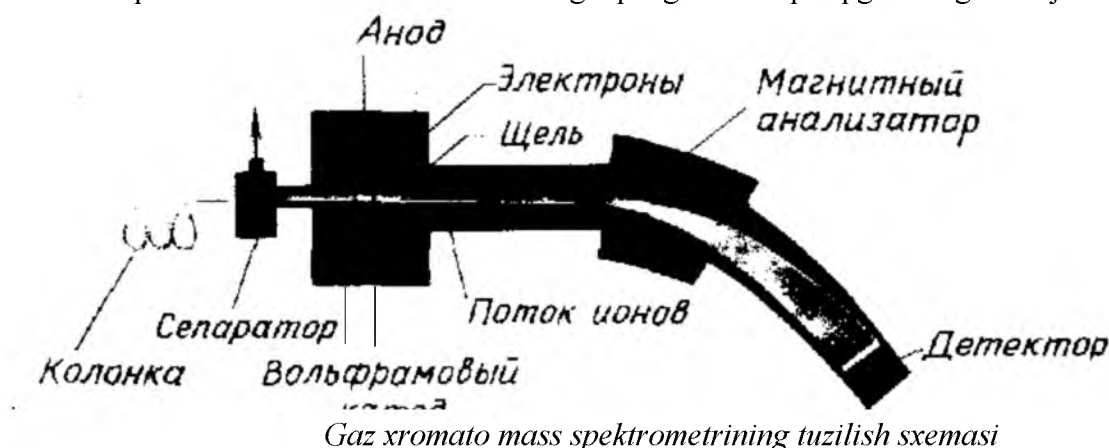
Uzoq vaqt davomida massa spektrometri gaz xromatografiya usuli uchun ajoyib detektor sifatida kabul kilingan. Gaz xromatografi ham, mass-spektrometr ham, nisbatan sodda qurilmalar bo'lib, ularning har biri bilan olingan analitik ma'lumotlarni tushunish va ishlatish juda oddiy. Ushbu ikkita qurilmaning aloxida olingan natijalarini qo'shganda ham xromato-mass spektroskopik usulda olingan natijalarning unga nisbatan eksponensial tarzda oshganligini ko'rishimiz mumkin.

Ko'plab tahlil qilinuvchi moddalar aralashma holida bo'lib. Namuna tayyorlashning effektiv usullaridan foydalangan holda ham baribir moddalarni aralashma holida tahlil qilishga to'g'ri keladi.

Gaz xromatografiyasi va mass-spektrometriyaning birgalikda qo'llanilishi uch yuzlab komponentlardan iborat aralashmalarni u aralashma tarkibida 10-12 g miqdorda bo'lganda ham alohida ajratib, identifikatsiyalash imkoniyatini beradi.

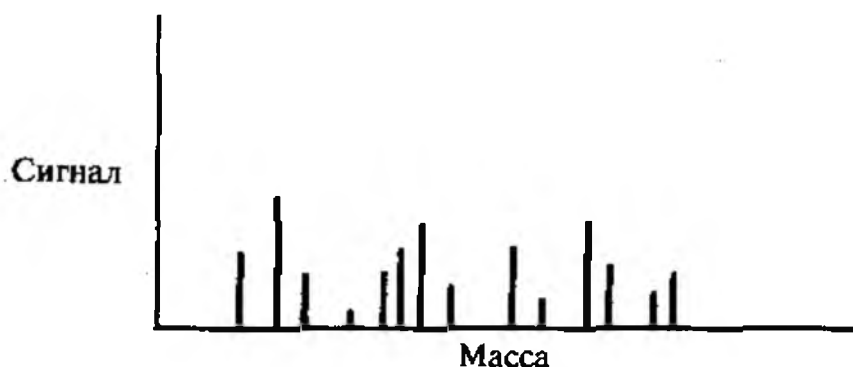
Mass spektrometr tomonidan ishlab chikarilgan juda katta miqdordagi ma'lumotlarning to'lik imkoniyatlarini ro'yobga chikarish uchun maxsus kompyuter kerak. Qurilmaga ulangan kompyuter yordamida ma'lumotlar bilan ko'p operatsiyalar amalga oshiriladi, bu esa ularning analitik qiymatini oshiradi.

Mass spektrometrik detektor yordamida olingan spektrlar namunaning sifat tarkibi to'g'risida shunday ma'lumot beradiki boshqa gaz xromatografik detektorlari bu ma'lumotlarni taqdim eta olmaydi. Massa spektrometrik detektor yanada sezgir, bundan tashkari, u namunani yo'k kiladi, massa haqida ma'lumot beradi va izomerlarga qaraganda ko'proq gomologlarni ajratib turadi



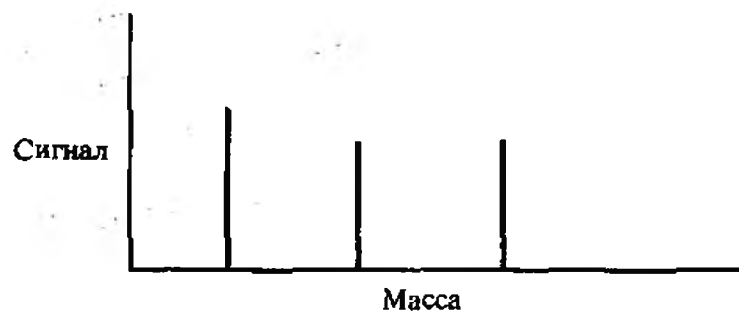
Газ xromato mass spektrometrining tuzilish sxemasi

Xromatografiya-massa spektrometrik taxlilning birinchi bosqichi odatda butun massa doirasini skanerdan o'tkazish bilan amalga oshiriladi. Aniqlash asosan detektorning ishlashini boshkaruvchi kompyuter xotirasiga joylashtirilgan spektrlar bazasi yordamida amalga oshiriladi. Xarakterli piklar va molekulyar ionlarni o'rganish birikmani Aniqlash da muxim rol o'ynaydi.



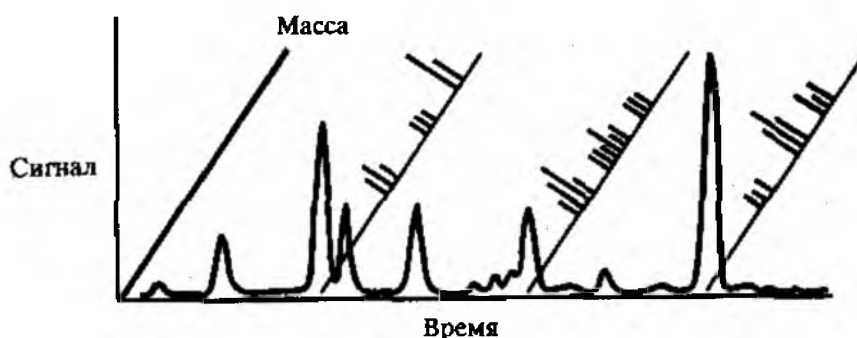
Spektr to'lik tekshiruvga mos keladi. Muayyan diapazonda barcha molekulalarda massaning zaryadga nisbati o'lchanadi.

Keyingi boskich bu sifatli taxlil bo'lib, unda individual ionlarni ro'yxatga olish usuli ko'llaniladi. Buning uchun ionlarning bir necha turinigina o'rganish va shu bilan sezgirlikni oshirish uchun filtr ishlatiladi.



Bu rasmda individual ionlar uchun Ro'yxatdan o'tkazish tanlangan massa / zaryad nisbatida o'tkazildi. O'lchov vakti oshiriladi va bu sezgirlikni oshiradi.

Va nixoyat, aloxida ionlar uchun olingan barcha ossillogrammalar umumlashtirilib, namunadagi barcha ionlar uchun umumlashtirilgan xromatogramma olish uchun yagona vakt o'lchov jadvaliga chizilgandiagrammaga birlashtiriladi.



Gazxromatomass usullarini yanada rivojlanishi va kompyuter texnologiyalaridan keng foydalanish ommaviy mass-spektrometriya nafakat mutaxassislar uchun, balki gaz xromatografik tahlilda Aniqlash ning standart usuli sifatida xam faol ko'llanilishiga sabab bo'ldi. Kompyuter butun tizimni boshkaradi, ma'lumotlarni yozib oladi va mass spektrlarini to'playdi. Sekundiga ko'p mikdordagi massa spektrlariining to'planishi katta hajmdagi xotira va yukori tezlikda ishlaydigan mashinalarni talab kiladi.

23-MA`RUZA. YUQORI SAMARALI SUYUQLIK XROMATOGRAFIK USULINI DORI VOSITALAR TAHLILIDA QO`LLASH. YUQORI SAMARALI SUYUQLIK XROMATOGRAFINING TUZILISHI,XROMATOGRAFIK KOLONKA TURLARI VA ELYUANT TANLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulni asosiy prinsiplar
2. Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulni nazariy asoslari
3. Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulda qo'llaniladigan qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar.

Tayanch so'z va iboralar: *Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi, xromatogramma, moddalarni ushlanish vaqti, pik asosining kengligi, gauss aylanmani dispersiyasi*

Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik usuli

Xromatografik usullarning rivojlanishi jarayonida ularning nazariy va amaliy qo'llanish sharoitlarini takomillashtirish natijasida yangi yuqori samarali suyuqlik xromatografiya (YUSSX) usulini kirib kelishiga sabab bo'ldi.

Agarda 1950 va 1960 yillarda xromatografik usullardan yupqa qatlam xromatografiya va qog'ox xromatografiyasi, rivojlangan bo'lsa, 1970 yillarda kolonkali xromatografiyaning taraqqiy etishi *yuqori samarali suyuqlik xromatografiya* usulini rivojlanishiga zamin bo'ldi. YUSSX usullarda

(nasos, injektor, detektor), hamda o'ziga xos talablarga javob beradigan yuqori tozalikka javob beradigan, yuqari tozalikka ega erituvchilar va kimyoviy reaktivlarni qo'llash talab etiladi.

YUSSX tahlil usulini yaratilganiga qisqa vaqt bo'ldi, lekin bunday xromatografik tahlilni rivojlanishi juda kattadir. Uning nazariy asoslari va eksperimental usullari undan avvalroq GSX usuli yaratilgandann keyinqoq asos solingan edi.

YUSSX usulni olib borishda ananaviy kolonkali xromatografiyaga qo'yilgan talablar asos bo'lib xisoblanadi, ular sorbentning dispersligi, kolonkalarni o'lchami va suyuqlik oqimining tezligidir. SHularga qaramay bu xromatografik usulning o'ziga xos tomoni, yuqori bosimda xromatografik jarayonni olib borishga qaratilgandir.

Suyuq qo'zg'aluvchan faza yordamida xromatografik tahlilni olib borish M.S. Svet tomonidan ko'rsatib o'tilgan usul, yangi aralashma tarkibidagi moddalarni sifat va miqdoriy tahlilini aniqlanishga asoslanib, foydalanilgan kolonkalarining diametri 1 sm dan oshiq bo'lgan. Bunda qo'zg'aluvchan faza kolonka orqali o'zining og'irlik kuchi yordamida kolonkadan o'tish natijasida hamda gidrostatik bosimi asosida 60 ml/soat 1 sm² tezlikka erishilgan. Lekin dori moddalarini va aralashmalarini aniqlashda bunday kolonkalardan ko'p foydalanish natijasida ajratib olish sifati o'zgaradi.

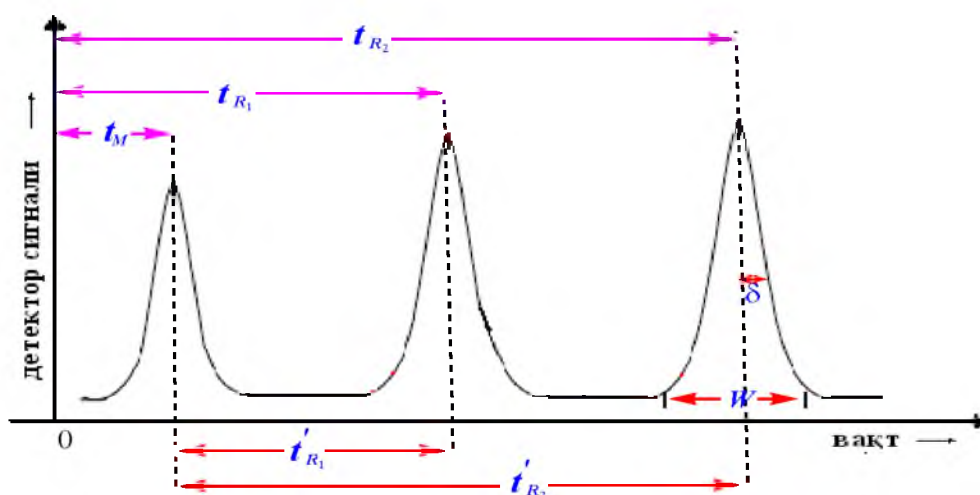
Keyingi yillarda kolonkali xromatografiyani keng qo'llanishi va sezgir detektorlarni paydo bo'lishi asos bo'ldi, uning yordamida elyuat tarkibidagi moddalarni aniqlashga erishildi. YUSSX usulini takomillashtirishga gaz xromatografiyasida qo'llanilgan va tajribadan o'tgan usullardan foydalaniladi.

YUSSX usulida moddalarni ajratish uchun diametri 2-6 mm bo'lgan kolonkalardan va ularning ichiga ko'zg'almas sorbentning zarrachalarini o'rtacha diametri 50 mkm dan kichik zarrachalardan iborat bo'lgan, hamda ko'zg'aluvchan fazani 0,1-0,5 sm/sek tezlikda yuqori bosim yordamida (10-400 atm) foydalanish maqsadga muvofiqdir.

YUSSX usulida ikki moddani bir-biridan ajratish, ulardan biri qo'zg'almas fazada ushlanib qolishini xromatografik kolonkadan qarshiliklarni engib chiqqan modda avval, so'ngra asta-sekin ikkinchi modda chiqa boshlaydi. Bu xromatografiyada ham moddalarni ajralishini qo'zg'almas fazada ushlanish vaqti (t_{RI}) qiymati bilan ifodalanadi. Umumiy ushlanish vaqti (t_R), qo'zg'almas fazada ushlanish vaqti (t_{RI}) va qo'zg'aluvchan fazadagi ushlanish vaqtining(t_m) qiymatlarini yig'indisidan tashkil topgan.

$$t_R = t_{RI} + t_m$$

Bunday sharoitda kolonkalarda moddalarining bo'linishi quyidagicha chizma holida ifodalash mumkin.



t_m – qo'zg'aluvchan fazani ushlanish vaqti

t'_{RI} , t'_{R2} – toza ushlanish vaqti

t_{RI} , t_{R2} – moddalarni ushlanish vaqti

W – pik asosining kengligi

δ -gauss aylanmani dispersiyasi

Hosil bo'lgan xromatogramma moddalarni sifat ko'rsatkichini aniqlash uchun foydalaniladigan bo'lsa, u holda ushlanish vaqti moddalarning konsentratsiyasiga bog'liq bo'lmaydi. Ushlanish vaqti asosan elyuent tezligiga bog'liq bo'lganligi uchun bu usulda ko'proq ushlanish hajmiy qiymati bilan foydalaniladi. SHunga asosan ushlanish hajmi (V_R), moddani ushlanish vaqtiga (t_R) va elyuentning hajmiy tezligiga [(F) sm³/daq] to'g'ri proporsional holda bog'liqdir.

$$V_R = t_R \cdot F$$

SHunga asosan sorbsiyalanmagan moddaning ushlanish vaqtini bilgan holda, kolonkadagi harakatlanuvchi fazaning hajmini (V_M) aniqlash mumkin

$$V_M = t_0 \cdot F$$

Bundan tuzatilgan hajmiy ushlanish (V_N) qiymatini topib olinadi. Uning qiymati (V_R) umumiy ushlanish hajmidan Harakatlanuvchi fazaning hajmini ayirmasiga tengdir.

$$V_N = V_R - V_M$$

Tuzatilgan ushlanish hajmi proporsional holda qo'zg'almas fazani hajmiga (V_S) tengdir.

$$V_N = K \cdot V_S$$

Proporsionallik koeffitsienti (K) bo'linishdagi termodinamik koeffitsientga teng bo'lib, bo'linish xromatografiyasida u Nernst bo'linish koeffitsientiga to'g'ri keladi.

Usulning optimal sharoitini va tahlil vaqtini tanlash.

Dori moddalarini yuqori samarali suyuqlik xromatografiya usulida tahlilini olib borishda quyidagilar maqsadga muvofiq:

1. Qisqa vaqt oralig'ida eng asosiy moddani ajralishiga erishilishi
2. Usulda foydalanilgan texnik kamchiliklar eng kam bo'lishi

Har bir tajribada dori moddasini tahlilini olib borishda qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar va o'ziga xos haroratda eng yaxshi va eng yuqori nisbiy ushlanishga (α) ega bo'lishi kerak. Har doim ma'lum haroratda va eng yaxshi sistemalardan foydalanish natijasida kam sonli nazariy likobchalardan hamda qisqa kolonkalardan foydalanishga harakat qilishi kerak. Ana shularni inobatga olgan holatlarda quyidagi tenglama asosida qulay piklarni olishga erishildi.

$$t_R = N \cdot N \frac{L \cdot \eta}{K \cdot \Delta R} (1 + k_2)$$

t_R – umumiy ushlanish vaqti

N - nazariy likopchalar soni,

N - nazariy likopchalarining balandligi

L - kolonka uzunligi, sm

η - elyuat qovushqoqligi

ΔR - bosimni tushishi (dm/sm²)=10⁻⁶ atm.

K - termodinamik bo'linish koeffitsienti (πr^2)

k_2 – taqsimlanish qiymati

Formula asosida har xil elyuantlar ichidan qulay piklarni hosil bo'lishi asosida eng kam qovushqoqlikka ega bo'lgan qo'zg'aluvchan fazani tanlab olishga erishiladi. Kolonkalarni foydalanish darajasi va moddalarni ajralishi ularni sorbent bilan qanday to'ldirilganiga bog'liqdir. Yuqorida aytib qtilishicha moddalarni yaxshi ajralishi uchun qisqa uzunlikdagi kolonkalardan foydalanishni tavsiya etiladi. Bunda qisqa uzunlikdagi kolonkalarda, ma'lum meyorda nazariy likobchalarni saqlashdan iboratdir.

Chunki nazariy likobchalar, zarrachalarning kvadrat qiymatiga teskari proporsionaldir, shuning uchun har doim qo'zg'almas qattiq faza kichik o'lchamdagi zarrachalaridan foydalanish lozim. Ammo ayrim holatlarda qo'zg'almas faza zarrachalarini kichiklashtirilgan sari elyuantni kolonka orqali o'tishi qiyinlashadi, shuning uchun bunday holatlarda ichki bosimni oshirishni talab etiladi. Oddiy bosim beruvchi moslamalar 300-400 atm., bosimni berishga qodirdir. Bularga asoslanib har bir holatni inobatga olib ish tutishni tavsiya etiladi.

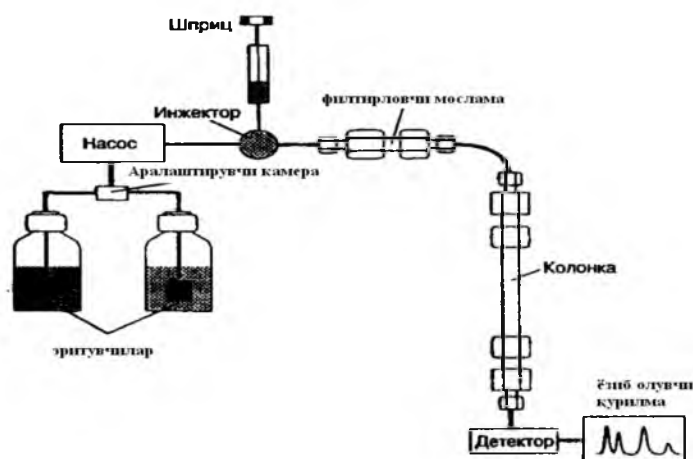
YUSSX usulini olib borishda foydalaniladigan kolonkalarga qo'yidagi talablar quyiladi:

1. *moddalarni ajratish darajasi*
2. *tahlilni olib borish tezligi*
3. *kolonkani ishlatish darajasi.*

Tahlilni olib borishda yaxshi natijalarga erishish uchun asosan sergʻovak sirtli sorbentlardan foydalanishni tavsiya etiladi. Shu bilan bir qatorda tekshirilayotgan moddaning konsentratsiyada va tahlilni uzoqroq olib borishni tavsiya etiladi. Bunda sistemadagi bosimni oshirish ham maqsadga muvofiqdir. Qoʻzgʻaluvchan sistema uchun bir-qancha erituvchilar berilgan boʻlsa, u holda ulardan kam qovushqoqlikka ega boʻlgan erituvchilarni tanlashni taklif etiladi. Bunga nazariy likopchalarning sonini va eiyuatni bir meyordagi tezlikda erituvchini qovushqoqligini kamaytirilishi yordamida erishiladi.

Usulni olib borishda foydalaniladigan qurilma tuzilishi.

YUSSX usulni olib borishda quyidagi rasmda keltirilgan qurilmalardan foydalaniladi.



2-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilish chizmasi.

Apparatni bir meyorda ishlashi uchun erituvchi solinadigan moslama 1000 ml hajmida boʻlishini talab etiladi. Koʻp holatlarda bu moslama suyuqlik tarkibidagi gazlarni yoʻqotish asboblari bilan uzviy bogʻliqlikda ulangan boʻladi.

Suyuqlikni kolonkaga oʻtkazishda nasosning ahamiyati kattadir. Bunda suyuqlik tezligi 10 ml-min, hamda 300-400 atm. Bosim oraligʻida harakatlanadi. Aniqlanuvchi moddani kolonkaga dozator orqali eritma holida yuboriladi. Kolonkalar asosan zanglanmaydigan poʻlat, hamda shisha va titan naychalardan tayyorlanadi. SHisha kolonkalardan foydalanishda tashqaridan kuzatishga imkoniyat baladi, lekin ichki bosimni 70 atm. dan yuqoriga koʻtarish maqsadga muvofiq emas. Kolonkalar termostatga joylashtirilgan boʻlib, asosan ichki diametri 2-4 mm, uzunlgi 10-50 sm ni tashkil etadi.

Kolonkadan oʻtayotgan suyuq erituvchini harakatini doimiy ravishda detektor orqali tekshirib beriladi.

Detektorlar ikki guruhga: oʻziga xos guruh moddalarni xususiyatini aniqlashga hamda universal xususiyatni namoyon etadigan oʻziga xos guruh moddalarini aniqlashda fluoressensiyalanish va boshqa elektrokimyoviy usullar yordamida aniqlashga asoslangan. Unga asosan dori vositalarining kam miqdorini biologik suyuqliklar tarkibidagi chiqindi moddalarni va qoʻshilmalarni aniqlashda foydalaniladi. Universal detektorlar yordamida moddaning bor yoki yoʻqligidan qatʼiy nazar suyuqlikdan ajralib chiqayotgan har qanday moddani xususiyatini aniqlashga qodirdir. Bu usul hozirgi kunda neft kimyosi, oziq-ovqat sanoati va farmatsiya ishlab chiqarish sanoatlarida keng foydalanib kelmoqda.

Detektorlarga qoʻyilgan talablar:

- a) yuqori sezgirlikka ega boʻlishi;
- b) tekshirilayotgan modda detektor orqali oʻtayotganda parchalanmasligi;
- v) haroratni oʻzgarishi, suyuqlikning oqim tezligi, hamda qoʻllanilayotgan erituvchining tarkibi detektorning ishlash jarayoniga taʼsir koʻrsatmasligi;

g) детектор текширилувчи moddani sifatini va miqdorini aniqlashda asosiy ko'rsatgichni bera olishi lozim.

UB detektori va defferensial refraktometrlar hozirgi zamon yuqori samarali suyuqlik xromatograflarida ko'proq qo'llaniladi. UB detektorlar UB to'liqin uzunligidagi nur yutilishi ko'pgina dori moddalarini aniqlashda sezgirdir. Shuning uchun foydalaniladigan erituvchi o'ta toza va spektral tiniq bo'lishi talab etiladi.

Differensial refraktometrlar harorat va bosimga juda sezgirdir. Ikkala tur detektorlar eritmadagi moddani konsentratsiyasini aniqlashda foydalaniladi.

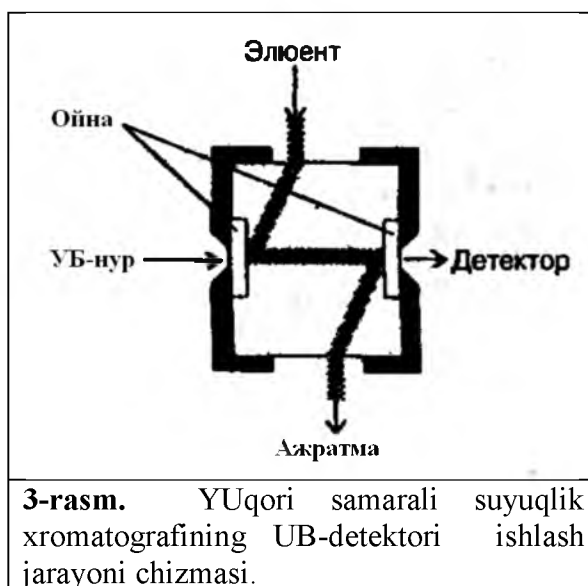
UB detektorning kamchiligi faqatgina ayrim molekullarni nur yutilish xususiyatini aniqlashga mo'ljallangan bo'lib detektorni nur yutilishni sezish oraliq'iga to'g'ri kelsa yoki shunga yaqin oraliqda bo'lishi bilan bog'liqdir. Detektorning o'ta kuchli sezgirligiga asosan modda tahlilini yuqori nur yutish to'liqin uzunligida olib borilmasa ham bo'ladi. Detektorni UB nurni simobli lampa ishtirokida $\lambda = 254 \text{ nm}$ to'liqin

uzunligida aromatic birikmalar, ko'pchilik ketonlar, aldegidlarni aniqlashga erishish mumkin. Ayrim holatlarda UB nurni fosforli ekran ishtirokida $\lambda = 280 \text{ nm}$ to'liqin uzunligida tahlil olib borishi mumkin.

YUSSX uskunalarida refraktometrli detektorlardan ham foydalaniladi. Unda ham elyuant orqali ajratilib chiqayotgan moddaning xususiyatini aniqlashga erishiladi. Bu turdagi detektorla o'zining universalligi bilan ikkinchi (UB detektordan so'ng) ahamiyatlidir. Shu bilan bir qatorda bu detektor yordamida har qanday erituvchi uchun o'ta tozalikni talab etmaydi hamda 150°S gacha jarayonda amalga oshirish mumkin. Bu usulni ayniqsa sintetik polimerlarni tahlilida qo'llash ahamiyatlidir.

YUSSX usulini olib borishda qo'zg'aluvchi fazaga katta talab qo'yilgan. Chunki ulardan foydalanish davrida tarkibidagi chiqindilar kolonkani ifloslashi, hamda noto'g'ri natijalarni hosil bo'lishga sabab bo'lishi mumkin.

Quyidagi jadvalda YUSSX usulini olib borishda nur o'tkazuvchanlik xususiyatiga asoslanib keng foydalaniladigan erituvchilar keltirilgan.

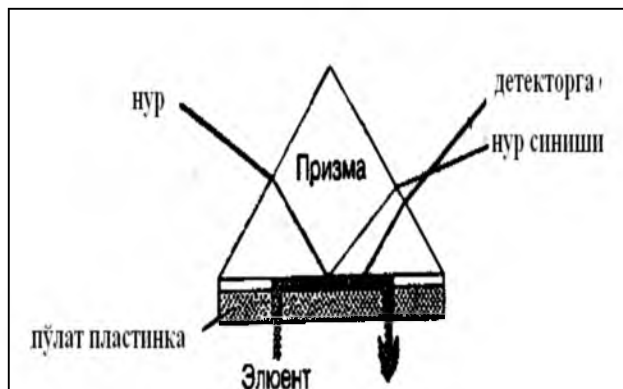


1-jadval

Эритувчилар	полярлик индекси P'	Элюирланиш кучи (SiO_2)	УВ-ўтказув- чанлик, nm
Фторалкан	< -2	-0,2	200
Циклогексан	0,04	0,03	200
n-Гексан	0,1	0,01	195
Тетрахлорметан	1,6	0,11	265
Диизопропиловый эфир	2,4	0,22	220
Толуол	2,4	0,22	285
Диэтиловый эфир	2,8	0,38	215
Дихлорметан	3,1	0,34	230
Тетрагидрофуран	4,0	0,35	210
Хлороформ	4,1	0,26	235
Этанол	4,3	0,68	205
Уксусная кислота	4,4	0,38	255
Диоксан	4,8	0,49	215
Метанол	5,1	0,73	205
Ацетонитрил	5,8	0,50	190
Нитрометан	6,0	0,49	380
Сув	10,2	Юқори	170

Jadvaldagi keltirilgan erituvchilar ichida eng yaxshi nur o'tkazuvchanlik xususiyatiga tozalangan suv egadir. Shuning uchun erituvchini faqat "spektroskopiya" uchun foydalanish ko'rsatkichi berilgan bo'lishi kerak, aks holda avval tozalab so'ngra foydalanishni talab etiladi.

Shuning uchun YUSSX uskunalarda refraktometrli detektorlardan ham foydalaniladi. Unda ham elyuant orqali chikayotgan moddaning xususiyatlarini Aniqlash ga erishiladi. Bu turdagi detektorlar o'zining universalligi bilan 2 chi (UB detektordan) so'ng ahamiyatlidir. SHu bilan bir katordav bu detektor yordamida har kanday erituvchi yordamida o'ta tozalikni talab etmaydigan hamda 150⁰S gacha jarayonda amalga oshirish mumkin. Bu esa ayniksa sintetik polimerlarni tahlilida ko'llashga ahamiyatlidir.



4-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining refraktometrli detektori ishlash jarayoni chizmasi.

YUSSX usulni amalga oshirishda qo'llaniladigan erituvchilar sistemasiga quyidagi talablar qo'yiladi:

- 1) xromatografik ajratish haroratida moddani to'liq erita olishi;
- 2) qo'llaniladigan kolonkani aktivlik xususiyatiga ta'sir etmaslik;
- 3) qo'zg'almas fazaning adsorbsiya jarayoniga ta'sir etmaslik;
- 4) qo'llanilayotgan detekorning sezgirlikini oshirib berishda yuqori xususiyatga ega bo'lishi
- 5) Kam qovushqoqlikka ega va zaharsiz bo'lishi kerak

Olib borilgan tahlil natijalarining aniqligiga ayniqsa erituvchining barqarorligi va uni xromatografik kolonkaga etkazib berish tezligiga katta bog'liqdir. Hozirgi qo'llanilayotgan xromatografik usullardagi nasoslar yordamida har doim bir xil natija olishga sharoit yaratib bera olmasligi mumkin. Oddiy jarayonda 1ml/min farqni erituvchini nasos yordamida ta'minotida 0,01ml/daqiqani tashkil etsa, bu o'z holatida aniqlanuvchi moddaning molekulyar og'irligiga nisbatan 10% xatolikka olib kelishi mumkin. Bu holatni bartaraf etish uchun har doim xromatografik jarayonni amalga oshirish davrida nasos orqali berilayotgan erituvchining tezligini tekshirib turish lozim.

Kolonkalarining yuqori samaradorligini saqlash maqsadida 10 mkm o'lchamga ega bo'lgan sorbentlar uchun erituvchining oqimi o'rtacha 1 ml/min ga to'g'ri kelishi kerak. Agarda erituvchining oqim tezligi ko'paytirilsa kolonkaning TTB qiymati kattalashadi natijada, ayniqsa, yuqori molekulyar og'irlikdagi moddalarni ajratishda aniqlik darajasi pasayadi. Masalan sintetik polimerdan polisterolni $M=39 \cdot 10^4$ g moddani qattiq sorbentli kolonkadan erituvchini oqim tezligini 1 ml/min dan 2 ml/daqiqagacha oshirilsa kolonkani samaradorligi 1,5 marotaba kamayishiga olib keladi.

YUSSX usulni olib borishda harorat ma'lum darajada bo'lishini talab etiladi. Asosan jarayon 20-25⁰S haroratda olib boriladi, lekin modda xususiyatiga qarab ayniqsa polimerlarni tahlilida 135-150⁰S haroratli termostat yordamida amalga oshiriladi. Haroratni ko'tarish ayrim erituvchilarning qovushqoqlik xususiyatini kamaytirishi kolonkaning samaradorligini oshiradi. Shuning uchun xona haroratiga nisbatan haroratni 40-50⁰S Yuqorida olib borish maqsadga muvofiqdir.

Kolonkaga yuboriladigan tahlil qilinadigan moddaning miqdori ham ahamiyatga egadir. Asosan 1 g sorbent saqlagan kolonkaga polimer moddalaridan 0,1-0,5 mg miqdorda yuborish talab etiladi.

Hozirgi kunda keng qo'llaniladigan diametri 7-8 mm, uzunligi 50-60 sm kolonkalarga 3-5 mg aniqlanuvchi moddani yuborish maqsadga muvofiqdir, aks holda katta miqdor moddani qo'llash natijasida kolonkada moddalarni ushlanish hajmi ortiti va kolonkani samaradorlik xususiyatini kamayishiga sabab bo'ladi.

Yuborilayotgan erituvchining hajmi, ko'p miqdorda bo'lishi maqsadga muvofiq emas. Asosan kolonkaga yuboriladigan moddaning hajmi 25-300 mkl oralig'ida bo'lishi kerak. Aks holda hajmini ko'payishi hosil bo'ladigan piklarni noaniqliklariga olib keladi.

Shuning uchun izlanish olib borilayotgan moddaning xususiyatini inobatga olgan holda og'irligiga, eritmaning konsentratsiyasiga, kolonkaga yuborilayotgan erituvchining hajmiga va boshqa ko'rsatkichlariga itoat qilgan holda aniq natijalarga erishiladi.

Differensial refraktometr yordamida umumiy, ya'ni tekshiriluvchi modda va elyuatni nur yutish xususiyatini aniqlashga erishiladi. Shuning uchun moddaning signalini, erituvchining signalidan farqlash maqsadida differensial detektorlardan foydalaniladi. Differensial detektorlarni kamchiligi detektor sezgirliги haroratni o'zgarishga bog'liqdir. Agarda 1°S harorat o'zgarsa detektorning ko'rsatishi 10^{-4} qiymatiga o'zgaradi. Shuning uchun detektordagi haroratni $\pm 0,001^{\circ}\text{S}$ aniqlik bilan tahlilni olib borishini talab etiladi.

Qo'zg'almas faza va sorbentlar.

YUSSX kolonkalari uchun foydalaniladigan qo'zg'almas sorbentlar ichki bosimga chidamli bo'lishi kerak. Sorbentlarni o'tkazuvchanlik xususiyati umuman bosimning o'zgarishiga bog'liq bo'lmasligi shart. Ko'pchilik neorganik birikmalar, qo'zg'almas faza uchun foydalaniladigan sorbentlar 600 atm. ichki bosimga chidamli bo'lishini talab etiladi.

Bu tur xromatografiyada qo'zg'almas faza sifatida ularning ikki turi ishlatiladi:

1) Yuqori sig'imli va yutilish xususiyatli serg'ovak sorbentlar, bu talabga silikagel va alyuminiy oksidi javob beradi.

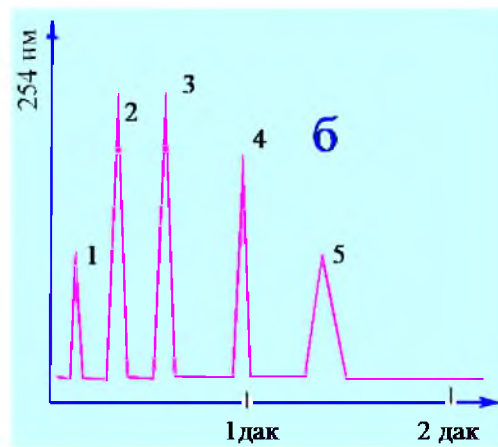
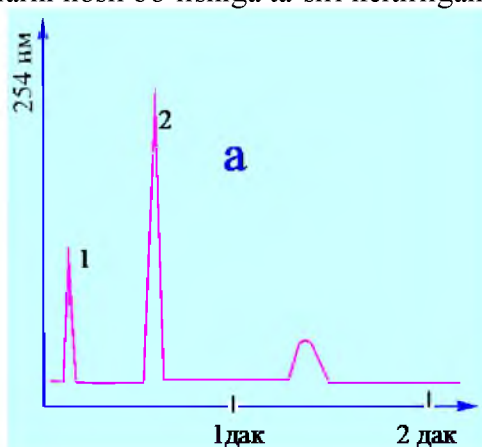
2) Tashqi yuzasini yutilish xususiyatlari aktiv sorbent bilan qoplash

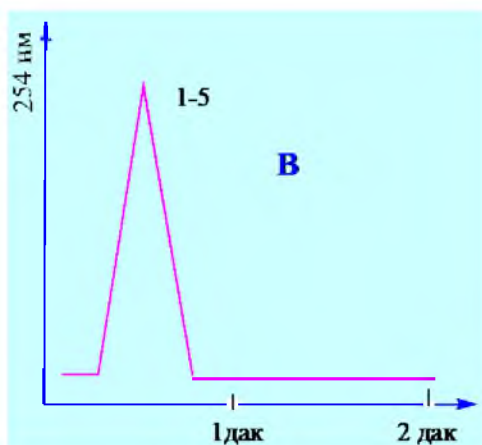
Bunda modda zarrachalari kira olmaydigan (shisha) ustini aktiv sorbent bilan qoplab ishlatishga asoslangan.

Xromatografik sorbentni tanlash avvalo, qanday xromatografik jarayonni bajarishga bog'liq. Bu suvli eritmalar yoki organik erituvchilar yordamida amalga oshiriladi. Kichik yoki o'rtacha o'lchamli sorbentlarda organik erituvchilar yordamida tahlilni olib borish mumkin.

Suvli eritmalar qo'llashda qattiq sorbentlar, ayrim holatda maksus yarim qattiq sorbentlardan foydalanish maqsadga muvofiq. So'ngra modda molekulyar og'irligiga asosan, sorbent zarrachalarining xususiyatiga to'g'ri keladiganiki tanlab olinadi. SHu usulda tanlab olingan va kolonkaga joylashtirilgan sorbent yordamida avval tajribalar olib borishda va moddalarni ajralishi yoki tasdiqlash holatlarni bir-necha marotaba amalga oshiriladi. Lekin ayrim sintetik polimerlarni, ayniqsa molekulyar og'irligi katta bo'lgan moddalarni kolonkada ajratib olishda ma'lum qiyinchiliklar keltrish mumkin. Bunday holatlarda uchta har xil kolonkalarda tajribalar olib boriladi, so'ngra ulardan optimal ajratishga erishilgan kolonkani foydalanish maqsadga muvofiq deb topildi.

YUSSX usulni olib borishda va moddalarni ajralish cho'qqilarni paydo bo'lishi adsorbent tartibiga suvning miqdoriga bog'liqdir. Polyarsiz organik erituvchilar tarkibidagi suvni yo'qotish uchun tarkibida oksidlar saqlagan sorbentlardan foydalaniladi. Ularga alyuminiy oksidi va silikagel kiradi. Quyidagi rasimda oligofenilenlarni xromatogrammada ajralishida adsorbent tarkibidagi suvni piklarni hosil bo'lishiga ta'siri keltirilgan.



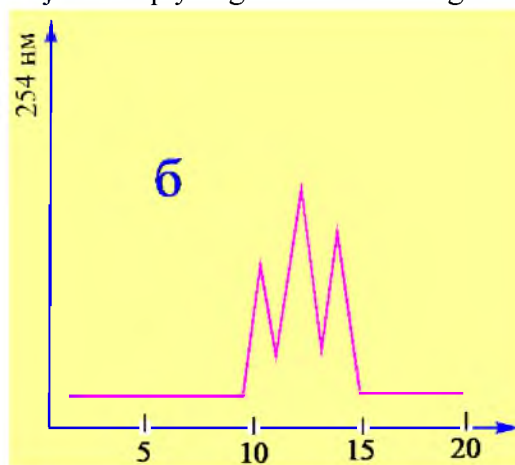
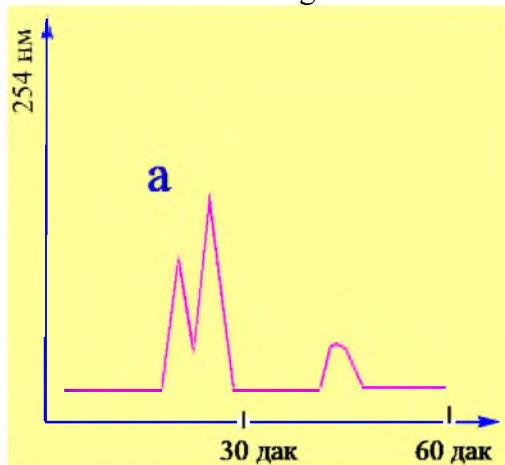


3- rasm. YUSSX usulni olib borishda va moddalarni ajralish cho'qqilarni paydo bo'lishi adsorbent tartibiga suvning miqdoriga bog'liqligi.

Elyuant: *a- n-geptan, quritilgan*
b- 100 ml geptan suv bilan to'yintirilgan,
200 ml geptan, quritilgan
v-geptan suv bilan to'yintirilgan

Bu sharoitdapiklarni ajralishida 1 qism geptanni suv bilan to'yintirilgan va 2 qism quritilgan geptan aralashmasi (b) maqsadga muvofiqdir. Agarda suvning miqdori ko'paytirilsa (v) piklarni ajralishini kuzatish qiyin bo'ladi.

Ayrim holatlarda teskari (elyuent tarkibida suv saqlasa) piklarni hosil bo'lishi va ajralishi yaxshi bo'ladi. Masalan silikagel sorbentida steroidlarni ajratishi quyidagi rasmda keltirilgan.



4- rasm. Steroidlarni ajralishi. Elyuant: xloroform 0,5% spirt bilan aralashmasi, a) xloroformni molekulyar quritgich yordamida quritilgan b) xloroform suv bilan to'yintirilgan. (kolonkani o'lchami 200 sm X 2 mm. 1-dekzametazon, 2-fluogidrokortizon, 3-gidrokartizon)

"a" ko'rinishdagi xromatogrammada tekshiriluvchi moddalarni bir biridan ajralishi noaniq, hamda cho'zilib chiqqan.

"b" ko'rinishda esa xromatografik piklar aniq cho'qqilar asosida hosil bo'lgan. Bu natijalariga asoslanib ma'lum miqdordagi suvni bo'lishi moddalarni ajralishida yaxshi natijalar beradi, lekin suvning miqdori ko'p bo'lishi noaniq piklarni hosil bo'lishiga olib kelishiga ham sabab bo'ladi.

24-MA'RUZA. YUQORI SAMARALI SUYUQLIK XROMATOGRAFIK USULINI DORI VOSITALAR TAHLILIDA QO'LLASH. DORI VOSITALARINING CHINLIK VA MIQDORINI TAHLIL QILISH.

Ma'ruza rejasi:

1. Sifat tahlil usullari
2. Miqdoriy tahlil usullari

Tayanch so'z va iboralar: *Miqdoriy tahlil, Sifat tahlil, cho'qqi, cho'qqi balandligi, cho'qqi yuzasi*

Yuqori samarali suyuqlik xromatografiya tahlil usuli murakkab tarkibli aralashmalar tarkibidagi yuqori harorat ta'sirida parchalanadigan moddalarni xona va unga yaqin bo'lgan haroratlarda sifat va miqdoriy tahlilini amalga oshirish imkonini beradi. Hosil bo'ladigan piklarni hajmi, yuborilgan moddaning hajmiga to'g'ri proporsionalikka bog'liqdir.

YUSS xromatografiyasiga asosan, bu usulda ham piklarni hajmini aniqlashda pikning balandligini uning o'rta kengligining yarim qiymatini ko'paytmasi bilan yoki elektron integrator yordamida aniqlash mumkin.

Miqdoriy tahlil usulini olib borish ayrim kamchiliklardan holi emas. Bular kolonkaga shprints yordamida yuborilganda namunani to'liq kolonkaga tushmasligi yoki kolonkadagi bosimni kuchligiga asoslanib shprints porshenlariga teskari ta'sir natijada ma'lum miqdorda moddalarni yo'qotilishini kuzatish mumkin. Shuning uchun miqdoriy tahlil natijalarini aniq olib borish maqsadida ichki standart eritma bilan taqqoslab olib borishni keng yo'lga qo'yilgan. Bunda taqqoslovchi sifatida mos standart moddani tanlash kerakki, u hosil qiladigan pik aniq masofada bo'lishiga erishishga harakat qilish kerak. Ana shu standart moddani tanlash kerakki, u hosil qiladigan pik aniq masofada bo'lishiga erishishga harakat qilish kerak. Ana shu standart moddani tanlash kerakki, u hosil qiladigan pik aniq masofada bo'lishiga erishishga harakat qilish kerak.

YUSSX tahlilda detektorni ko'rsatkichi moddani konsentrsiyasiga to'g'ri proporsionaldir. O'zi yozib beradigan moslama tekshiriluvchi moddani konsentrsiyasini o'zgarishini va uni hosil bo'lish vaqtini hisobga oladi.

Detektorni ko'rsatmasi har bir aniqlanuvchi moddaga alohida spektral xususiyatni olishni tavsiya etiladi.

Hosil bo'lgan spektral chizmalardagi cho'qqilarni sifatini tahlil qilishda:

1. Cho'qqilarni yuzasini yoki balandligini planimetrik usulda o'lchash.
2. Xromatogrammadagi cho'qqi chizmasi konturu bo'yicha qirqib olib, uni tortish usulida olib borish.
3. Cho'qqi chizmasi balandligini uning balandligi yarmidagi kengligiga $\mu^{1/2}$ ko'paytmasi bilan $S = h \cdot \mu^{1/2}$.
4. Balandlikni bir nechta darajalarida o'lchalgan kenglikning o'rtacha qiymatiga ko'paytirish.

$$S = h \cdot \frac{\mu \cdot 0,15 + \mu \cdot 0,85}{2}$$

5. Cho'qqi chizmasi tarafiga o'tkazilgan urunma asosida hosil bo'lgan uchburchak yuzasini aniqlash.

$$S = \frac{1}{2} \cdot h \cdot \mu$$

6. Elektron integratorlar yordamida.

Miqdoriy tahlilni olib borishda quyidagi uch usuldan keng foydalaniladi.

$$1. \text{ Ichki standartlash usuli } P_i(\%) = \frac{K_i \cdot S_i}{K_{st} \cdot S_{st}} \cdot 100$$

K_{st}, K_i – komponent va ichki standart massasiga taqsimlanish koeffitsenti.

S_i, S_{st} – mos cho'qqilar yuzasi.

R – komponentlar massasining ichki standart massasiga nisbati koeffitsenti

2. Mutloq kalibrlash usuli:

$$P_i(\%) = K_i \frac{h_i(S_i)}{g}$$

g – kontur uchun olingan miqdor(mkg)

3. Ichki tenglashtirish usuli:

$$P_i(\%) = \frac{K_i S_i(h_i) 100}{\varepsilon K_i S_i(h_i)}$$

K_i – kolibrovka koeffitsenti

$$K_i = \frac{P_i}{S_i}$$

25-MA'RUZA. QATTIQ DORI SHAKLLARINING ERUVCHANLIGI VA PARCHALANUVCHANLIGINI ANIQLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Qattiq dori shakllarining erishini aniqlash.
2. "Aylanuvchi kajava" asbobining kajavasi asbobi tuzilishi va uning ishlashi
3. Qattiq dori shakllarining parchalanishini aniqlash.
4. Qattiq dori shakllarining parchalanishini aniqlaydigan "identifikator" asbobi tuzilishi va uning ishlashi

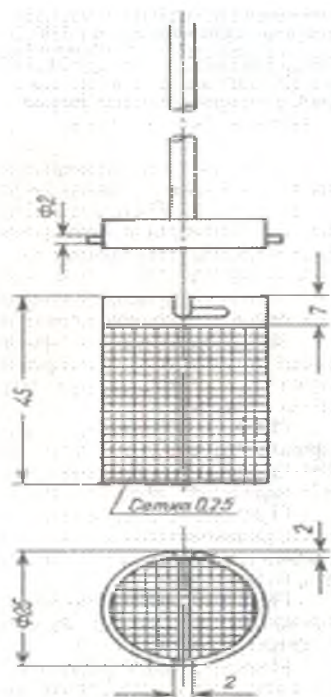
Tayanch soʻz va iboralar: *erish, qattiq dori shakllarining erishini aniqlash, parchalamuvchanlik, tabletkalarning parchalamuvchanligini aniqlash, aylanuvchi kajava, "identifikator" asbobi*

Hukumatimiz rahbariyati tomonidan aholini yuqori sifatli, bezarar va etarli darajadagi samarali dori vositalari bilan ta'minlash ishlariga alohida e'tibor berib kelinmoqda.

O'zbekiston Respublikasining "Fuqarolar sog'lig'ini saqlash to'g'risida"gi (1996 yil 29-avgust) va "Dori vositalari va farmatsevtika faoliyati to'g'risida"gi (1997 yil 25-aprel) qonunlarida, mamlakatda dori vositalari muomalasining qonuniy asoslari yaratilgan. O'zbekiston Respublikasi milliy dori siyosatida farmatsevtika sohasini rivojlantirish va aholini dori ta'minotini yaxshilash borasidagi tashkiliy va ilmiy-amaliy tadbirlari belgilab berilgan.

Muayyan sharoitda, ma'lum vaqt ichida qattiq dori turidan ta'sir qiluvchi moddaning eritmaga o'tgan miqdori tabletkaning erishi deyiladi.

Tabletkalar erishini aniqlash uchun XI DF da keltirilgan «Aylanadigan kajava» asbobidan foydalaniladi.



Tabletkalarning erishini aniqlaydigan "Aylanuvchi kajava" asbobining kajavasi

Asbobning asosiy ishchi qismi silindr shaklidagi diametri 0,25 mm li to'r kajava bo'lib, unga tekshiriladigan tabletka solinadi, u hajmi 1 l gacha bo'lgan suyuqlikda, tezligi xar daqiqada 50-200 marta aylanadi va $37 \pm 1^{\circ}\text{S}$ xarorat ta'minlab turiladi. Bunda asbobning xech qaysi qismi tebranmasligi shart. Erituvchi muhit sifatida suv yoki xususiy maqolalarda ko'rsatilgan boshqa erituvchilar (xlorid kislota, rN ko'rsatkichi turlicha bo'lgan bufer eritmalar va x.k.) olinishi mumkin.

Tekshiriladigan bir dona tabletka kajavaga solinadi va u suyuqlikka tushiriladi. Bunda kajava idish tubidan 20 ± 2 mm balandroq bo'lishi kerak. Idish qopqog'ini yopib, kajava xususiy maqolada

ko'rsatilgan tezlikda yoki daqiqasiga 100 marta tezlikda aylantiriladi. Xususiyl maqolada ko'rsatilgan vaqtdan yoki 45 daqiqadan so'ng, eritma namunasi olinib, filtr qog'ozi orqali suziladi va ko'rsatilgan usul bilan ta'sir qiluvchi modda miqdori aniqlaniladi.

Qo'llaniladigan analitik usul aniq bo'lishi kerak, lekin dori turidagi ta'sir qiluvchi moddaning miqdori aniqlanadigan usuldan boshqacha bo'lishi mumkin.

Dori turining xar bir seriyasi uchun 5 ta tabletkadan eritmaga o'tgan modda miqdori aniqlanadi. Bunda tabletka tarkibidagi modda 100 % deb qabul qilinadi. Agar xususiyl maqolalarda boshqacha talab qilinmagan bo'lsa, 45 daqiqa davomida, suvda aylanish tezligi daqiqasiga 100 marta bo'lganda ta'sir qiluvchi moddaning erigan miqdori dori turidagiga nisbatan 75 % dan kam bo'lmasa seriya qoniqli hisoblanadi.

Granulaning parchalanishini aniqlash.

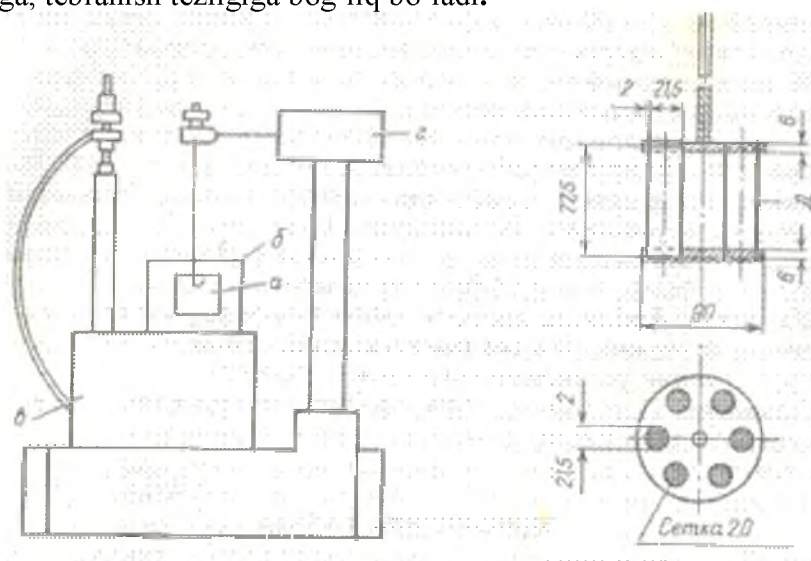
MH ko'rsatmasiga binoan, bu ko'rstkich maxsus asbob – identifikator yordamida aniqlanadi. Parchalanish vaqti xususiyl farmakopeya maqolalarida ko'rsatilgan bo'lishi kerak. Agar bunday ko'rsatma bo'lmasa, u holda granularlar 15 daqiqagacha parchalanishi kerak.

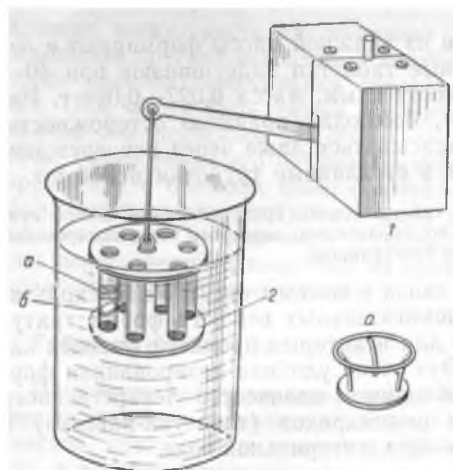
Asbobning tuzilishi. Aniqlash asbobi yig'ma korzinka, suyuqlik uchun sig'imi 1 l bo'lgan idish, issiqlikni bir me'yorda ($37 \pm 2^{\circ}\text{S}$) bo'lishini ta'minlovchi qurilmalardan iborat bo'lib, korzinkani tik holda 5-6 sm yuqoriga va pastga qarab, bir daqiqasiga 28-32 marta ko'tarib tushiruvchi elektromexanik qurilmaga ulangan bo'ladi. Yig'ma korzinka uzunligi 77,5 mm, ichki diametri 21,5 mm, devor qalinligi 2 mm bo'lgan 6 ta shisha naychalardan tashkil topgan. Naychalar vertikal holatda diametri 90 mm va qalinligi 6 mm bo'lgan, bir-biriva disk markazidan bir xil masofada joylashgan diametri 24 mm bo'lgan 6 ta teshikli 2 ta plastmassa disklar yordamida ushlab turiladi. Pastki diskning ostki yuzasiga zanglamaydigan po'latdan tayyorlangan, teshiklarining o'lchami 2 mm bo'lgan sim to'r o'rnatiladi (agar xususiyl maqolalarda boshqa ko'rsatmalar bo'lmasa).

Korzinka 6 ta yo'naltiruvchi plastmassa disklar bilan ta'minlangan bo'lib, ular shisha naychalar ichiga qo'yiladi. Diskning umumiy massasi 1,8-2,1 g, diametri 20 mm, balandligi 10 mm. Disklarning qo'llanilishi xususiyl maqolalarda aytib o'tiladi.

Aniqlash uchun 18 ta, 0,5 g dan granula namunasi olinadi. Xar bir naychaga 1 tadan namuna joylashtiriladi. Bunda tekshirishga olingan 6 ta namunaning hammasi to'la parchalanishi va to'rdan o'tib ketishi kerak. Agar 1-2 ta namuna talabga javob bermasa tekshiruv qolgan 12 ta namunada qaytariladi. Olingan 18 ta namunadan eng kamida 16 tasi to'liq parchalanib, to'rdan o'tib ketishi kerak.

Namunalarning suvda parchalanish muddati asboblarning tuzilishiga, ishlash jarayoniga, suyuqlik miqdoriga, xaroratga, tebranish tezligiga bog'liq bo'ladi.





2-rasm. Tabletkalarning parchalanishini aniqlaydigan "identifikator" asbobi
a- yig'ma korzinka; b- sig'im (1 l); v- termostat.

Tabletkalarning parchalanuvchanligini aniqlash

MH ko'rsatmasiga binoan, bu ko'rstkich huddi granulalarni parchalanuvchanligini aniqlash kabi maxsus asbob – identifikator yordamida aniqlanadi. Parchalanish vaqti tabletkalar uchun xususiy farmakopeya maqolalarida ko'rsatilgan bo'lishi kerak. Agar bunday ko'rsatma bo'lmasa, u holda tabletkalar 15 daqiqagacha, qobiqlanganlari esa 30 daqiqagacha parchalanishi lozim. Ichakda eriydigan tabletkalar 1 soatda 0,1 mol/l xlorid kislotasida erimasligi, lekin u suv bilan yuvib natriy gidrokarbonat eritmasiga solinganda (rN 7,5-8), agar xususiy maqolalarda boshqa ko'rsatma bo'lmasa, bir soat ichida parchalanib ketishi kerak.

Tabletkalarning suvda parchalanish muddati asboblarning tuzilishiga, ishlash jarayoniga, suyuqlik miqdoriga, xaroratga, tebranish tezligiga bog'liq bo'ladi.

27-MA'RUZA. TERMODESORBSION SIRT IONLASHUV SPEKTROSKOPIYA USULINI DORI VOSITALAR TAHLILIDA QO'LLASH.

Ma'ruza rejasi:

1. Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlil usulining mohiyati
2. PII-N-S "Iskovich-1" qurilmasining tuzilishi
3. . Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlil usulining mohiyati dori vositalarining sifat tahlili
4. Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlil usulining mohiyati dori vositalarining miqdor tahlili

Tayanch so'z va iboralar: Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlil usuli, PII-N-S "Iskovich-1", emitter

Organik moddalar tahlilida qo'llaniladigan fizik-kimyoviy usullar orasida termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili yangi usullardan bo'lib, o'zining yuqori sezgirligi, juda kam miqdordagi tekshiriluvchi moddalarni aniqlashga imkon berishi bilan ajralib turadi [8, 137, 138]. Faverinni termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlilini amalga oshirishda O'zbekiston Respublikasi Fanlar Akademiyasining U.A.Orifov nomidagi Elektronika instituti tomonidan gilyohvand va boshqa gangituvchi ta'sirga ega bo'lgan dorivor moddalarni tez aniqlash uchun tavsiya etilgan sirt ionlashuv indikator PII-N-S "Iskovich-1" dan foydalanildi.



1-rasm. Sirt ionlashuv indikatori PII-N-S “Iskovich-1” ning umumiy ko‘rinishi

Bu usulning mohiyati modda molekulalarining haroratini dasturlashtirilgan yo‘sinda bug‘latish va ularning sirt ionlashuv detektorida (SID) termodesorbsion spektrlar ko‘rinishida qayd qilishdan iboratdir. Qayd qilish asosini sirt ionlashuv detektorida (SID)ning ishlash tizimi tashkil qiladi. Detektorning anodi bo‘lib qizdirilgan emitter, katodi esa musbat ionlar kollektoridir. Tahlil qilinayotgan modda diod orqali o‘tkazilganda emitter sirtiga kelib tushayotgan molekulalar ionlar ko‘rinishida desorbsiyalanadi. Desorbsiyalangan ionlar esa elektr maydoni yordamida kollektorga yozib olish uchun yo‘naltiriladi. Usulning mohiyati modda molekulalarining harorati dasturlashtirilgan yo‘sinda bug‘latish va ularning sirt ionlashuv detektorida termodesorbsion spektrlar ko‘rinishida qayd qilinishidan iborat.

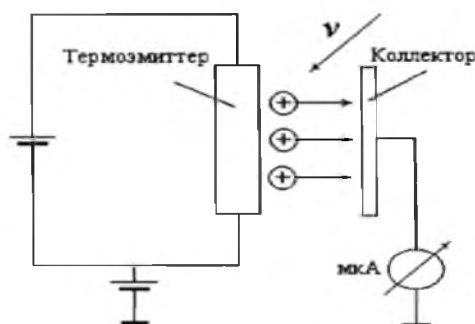


Рис. 2. Сирт ионлашув детектори (СИД)нинг ишлаш тизими.

28-MA`RUZA. IMMUNOFERMENT TAHLIL USULLARI.

Reja:

1. Immunoferment analiz tahlil usullari haqida tushuncha
2. Immunoferment analiz tahlil usullarining turlari
3. Immunoferment analiz tahlil usullarining dori vositalar tahlilida qo‘llanilishi

Tayanch iboralar: *Immunoferment analiz, biochiplar, biosensorlar, antigenlar, antitelalar.*

Immunoferment tahlil XX-asr 60-yillarining o‘rtalarida vujudga kelib, avval, gistologik preparatda antigenni identifikatsiyalash, keyin esa immunodiffuziya va immunoelektroforez testlarida pretsipitatsiya chiziqlarini aniqlashda qo‘llanilgan. Bundan tashqari biologik suyuqliklarda antigenlar va antitelalarni miqdoriy tahlili uchun ishlatila boshlangan. Metodni geterojen usulini ishlab chiqishda E.Engvall va R.Perlmann, shuningdek, ularga bog‘liq bo‘lmagan ravishda V.K.Van Veemen va A.shuurslar 1971 yili o‘z tadqiqot ishlarini olib borganlar va ushbu usulning muallifi hisoblanadilar. 1972 yili esa E.K. Rubenshteyn o‘z shogirdlari bilan immunoferment tahlilning gomogen usulini ishlab chiqishga muvaffaq bo‘lganlar. Ushbu immunoferment tahlilning usullarini ishlab chiqqan mualliflar aynan, o‘z tadqiqot ishlarida va shuningdek, amaliyotda immunoferment tahlilning talablariga javob bera oladigan ferment molekulalarini va ularning kofaktorlarini nishon sifatida qo‘llab, konyugat olish mumkinligini isbotlaganlar. Sababi yuqorida aytib o‘tilgandek, fermentlar o‘z substratlari ishtirokida kimyoviy reaksiyani 10^6 - 10^{12} marotaba tezlashtirar ekanlar, shu bilan birga ular antigen va antitelalar o‘rtasida bo‘ladigan immunokimyoviy jarayonlarning

sezgirlicini ham bir necha bor oshirib, aniqlanishi kerak bo'lgan modda miqdorini (pkM) juda kichkina qiymatlarda aniqlash uchun kerakli fermentativ reaksiya turini katalizlash imkoniyatga ega moddalar hisoblanadilar. Shuning uchun immunokimyoviy reaksiyalarda, faqat ferment molekulalari emas, balki ularning kofaktorlari ham maxsus markerlar sifatida IET ning turli usullarida keng qo'llanilmoqda.

Hozirgi vaqtda immunoferment tahlilning (IFT) usulining xilma-xil turlari ishlab chiqilgan. IFT turli xil moddalarni aniqlash uchun keng qo'llaniladi. Jumladan, dorivor preparatlarni, gormonlarni, antitelalarni, virus va bakterial antigenlarni, oziq-ovqat toksinlarini, fitotoksinlarni, narkotik moddalarni, hamda sifiliz, malyariya taksoplazmoz, alveokok, qizilcha va gelmintlarni, salmonellezni va kasallik tug'diruvchi mikroorganizmlarni diagnostika qilishda keng qo'llaniladi. Modomiki, IFT antitelalarni aniqlashda ham qo'llanilar ekan, bu esa o'z navbatida ko'p kasalliklarni boshlanish bosqichida oldini olish va serodiagnostika qilish imkoniyatini yaratadi.

IFTning asosiy mohiyati shundan iboratki, biokatalizator molekulasida reaksiya ketadigan zonada antigen bilan yoki antitela bilan bog'langan shaklda bo'lishidir. Antigen yoki antitelaning ferment molekulasida bilan bog'langan shakli konyugat deb yuritiladi. IFTni o'tkazish vaqtida antigen antitana molekulasida bilan bog'langandan so'ng, ushbu kompleksni aniqlash uchun, fermentning substrati kiritiladi va reaksiya natijasida Hosil bo'ladigan mahsulotlar aniqlanadi.

Shuni aytib o'tish lozimki, IFTda fermentativ reaksiyani deteksiya qilish hosil bo'lgan mahsulotni aniqlash bilan chegaralanmay, balki reaksiyasi natijasida rangli o'zgarish, issiqlik ajralish yoki yutilish, flyuresensiya, paramagnit xususiyatlarni yoki boshqa fizik-kimyoviy parametrlarni o'zgarishi natijasida aniqlashni amalga oshirish mumkin

IFTni o'tkazishda immun komponentlarning tozalik darajasi muhim ahamiyatga egadir. Sababi IFTning sezgirlik darajasi komponentlarga va ayniqsa unda nishon sifatida qo'llanilayotgan ferment molekulasida faolligiga bog'liq bo'ladi. Antitela serologik jihatdan faol va antigenga nisbatan titri yuqori bo'lishi uchun, antigenning immunogenlik xususiyati yuqori bo'lishi. Shunda antigen kerakli antitelalarning uzluksiz sintezini amalga oshirishga qodir bo'ladi. IFTda ishlatilayotgan immun komponentlarning titri yuqori bo'lmasa, ushbu oqsillar modifikatsiyadan so'ng denaturatsiyalanishi hisobiga inaktivlanadi.

Ayniqsa toksinlar holatidagi oqsil tabiatli ba'zi moddalar, viruslar, ba'zi mikroorganizmlarni faol bo'lmagan shtammlarini antigen sifatida olish kon'yugatlarini kimyoviy sintezida ijobiy natija bermaydi. Shu sababli antigen antitelolarni ma'lum manbadan ajratish va ularni tozalash va kalibrovka egri chiziqlarini tayyorlash talab etiladi. Antitelolarni tozalashda biospetsifik xromatografiya qo'llaniladi. Buning uchun avvalo immunosorbentlarni sintezlash kerak. Ushbu immunosorbentlar IFTning geterogen variantlarini ishlab chiqishda kerak bo'ladi. Immunosorbentlar olish uchun immobilizatsiyalangan antigenlarni sintezlash zarur. chunki geterogen IFT qattiq tashuvchi yuzasida olib boriladi.

IFTni qaysi usuli amalga oshmasin unda albatta nishon sifatida ferment molekulasida ishlatiladi deb yuqorida aytib o'tilgan edi. Shu sababdan avvalo antigen yoki antitela kon'yugati sintezlanadi. Buning uchun antigenga nisbatan aniq spetsifik bulgan antitelo tikuvchi komponent bilan modifikatsiyalanadi, ya'ni antitelo ferment molekulasiga kimyoviy (kovalent) bog'lanadi. Kimyoviy sintezlangan kon'yugatlarining fermentativ va serologik faolliklari aniqlanadi. Kon'yugatlar tahlilni o'tkazish uchun yaroqli bo'lsa, nihoyat so'ngi bosqichda IFT o'tkaziladi. Olingan ma'lumotlar tegishli asboblarda yordamida tahlil qilinadi.

Bu o'rinda shuni qayd etish lozimki, immunoferment tahlilni ishlab chiqishda bir qator qoidalarga rioya qilish kerak. Birinchidan, aniqlanayotgan moddani, ya'ni antigenni tahlil qilishda yukori darajada mos keladigan, unga o'ta spetsifik bo'lgan antitanalarni tanlab olish talab etiladi. Ikkinchidan, shunday fermentni nishon sifatida ishlatish uchun tanlab olish kerekki, u antigen yoki antitana bilan shuningdek, tashuvchi bilan kimyoviy usulda bog'langanda ham, o'z xususiyatini o'zgartirmasligi va bir vaqtning o'zida antigen va antitana o'rtasida kechadigan immunologik reaksiyaga ta'sir kilmamasligi va ayniqsa, fermentativ faolligini saqlab qolishi kerak. Uchinchidan, IFTni o'tkazishda qo'llaniladigan reagentlar va asbob uskunalar, shuningdek immun komponentlarni immobilash uchun ishlatiladigan tashuvchilar har tomonlama qulay va iqtisodiy jihatdan talabga

javob beradigan bo'lishilozim. Nihoyat ahamiyatli omillardan yana biri IFTda komponentlarni barqarorligini ta'minlash muhimdir. Bunda yuqori barqarorlikka ega bo'lgan komponentlarni olish uchun tikuvchi agentlar yordamida tashuvchilarga immobillash jarayonini amalga oshirish yordamida erishish mumkin. Bu o'rinda shuni aytib o'tish lozimki, immunoferment tahlilni, asosan ikkita katta usulga ajratish mumkin: geterogen va gomogen usullarga. IFTning geterogen usuli qattiq tashuvchi ishtirokida olib boriladi. Bunda immun kompleks tashuvchiga immobillangan antitana yoki antigen va ferment bilan nishonlangan antitana yoki antigen bilan immun kompleks hosil qiladi va immun reaksiya amalga oshgandan so'ng, fermentativ faollikni o'lchash orqali antigen miqdori kalibrovka chizig'i yordamida aniqlanadi.

IFTning gomogen usulida esa barcha jarayonlar suyuq muhitda, ya'ni qattiq tashuvchi ishtirok etmagan sharoitda olib boriladi. Immun kompleksni registratsiya qilish jarayoni katalitik yoki ferment reaksiyalari ketishi bilan bog'lik o'zgarishlar asosida amalga oshiriladi. Yuqorida qayd etilgan ikkala usul uchun ham umumiy talab shundan iboratki, antigen yoki antitanalarni standart eritmaları asosida oldindan kolibrovka chizigini yaratish kerak bo'ladi. chunki, aniqlanayotgan modda miqdorini aniqlash, IFT natijasini tahlil qilish ana shu kolibrovka asosida ko'rsatib beriladi. Immunoferment tahlilning geterogen usuli qattiq fazada o'tkaziladi. Bu usulniham bir kancha guruhlariga bo'lish mumkin. Immobilizatsiyalangan antitelo va antigen-ferment kon'yugatlarini qo'llash. Aniqlash uchun uch bosqichda olib boriladi. Birinchi bosqichda antitelo ferment kon'yugatlarini ma'lum mikdori aniqlanayotgan antigen bor namuna bilan aralashtiriladi. Keyingi bosqichda immobilizatsiyalangan antitelolar bilan bu aralashmani o'zaro ta'sirida ikkala antigen nishonlangan va nishonlanmagan fermentning aralashmadagi proporsional mikdori ishtirok etadi. Uchinchi bosqichda substrat bilan reaksiyani ikkita usuldan birida yo bog'lanmagan konyugat molekullari bilan, yoki immobilizatsiyalangan antitelo bog'langan ferment molekulasi bilan o'tkazish mumkin.

Reaksiyani ustunli (kolonkali) tarzda o'tkazish qulay. Antitelolar bilan immobilizatsiyalangan tashuvchi mikrokolonkaga joylashtiriladi. Avvalam bor tashuvchidagi antitelolar miqdoriga ekvivalent bo'lgan antigen-antitelo kon'yugatlarini miqdori aniqlanadi. Bu tajriba kolonka orqali fermentativ aktiv kon'yugat chiqmaguncha, nishonlangan antigenning oshib boruvchi miqdori o'tkaziladi.

Oldindan antigenni ekvivalent miqdori topilgandan so'nggina aniqlashni o'ziga o'tiladi. Kolonka orqali aniqlanayotgan antigen tutgan namuna o'tkaziladi. So'ngra u yuvilgandan keyin, xuddi shu kolonka orqali antigenlarni fermentli kon'yugatlarini ekvivalent mikdoriga eritmaga o'tkaziladi. Aniqlanayotgan namunada antigen qancha ko'p bo'lsa, mikrokolonkadan yig'ilgan eritmaning ferment faolligining ko'rsatkichi shuncha yuqori bo'ladi.

Immobilizatsiyalangan antitelo va antitelo-ferment kon'yugatlarini qo'llash. Bu usul sodda bo'lganligi uchun xilma-xil maqsadlarda keng qo'llaniladi. Biror bir qulay usul yordamida antitelo immobilizatsiyalangan holatda o'tkaziladi. Bunda tashuvchini o'zi reaksiya teshik (yacheyka) rolini bajaradi. Birinchi bosqichda immobilizatsiyalangan antitelolarga, aniqlanayotgan antigen tutgan namuna ko'shiladi. So'ngra antitelo bilan bog'lanmagan barcha birikmalar yuviladi. Keyingi bosqichda reaksiya muhitga antitelolarni fermentli konyugatlari solinadi. Nishonlangan antitelolar ham antigenlar bilan bog'lanadi va ularning mikdori, ferment faolligi ham namunadagi antigen miqdoriga proporsional bo'ladi. Bog'lanmagan kon'yugatlarni yuvgandan so'ng substrat qo'shiladi.

LABORATORIYA MASHG'ULOTI UCHUN MATERIALLAR

1- LABORATORIYA MASHG'ULOTI.
INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARIN BAJARISHDA XAVFSIZLIK QOIDALARIGA
RIOYA QILISH CHORA TADBIRLARI. DORI VOSITASINING QAYNASH VA
SUYUQLANISH HARORATINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejası

1. Instrumental tahlil usullari faniga kirish, laboratoriya jihozlari, tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari haqida tushuncha.

2. Dori vositasining qaynash haroratini aniqlash.

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarga Instrumental tahlil usullari fani haqida tahlil uchun laboratoriya jihozlarini tayyorlash, tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlarini, dori vositasining qaynash haroratini aniqlashni o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Instrumental tahlil usullari fani to'g'risida tushuncha;
- tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalarini bilish;
- Dori vositasining qaynash haroratini aniqlashni o'rgatiladi;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, dori vositasining qaynash haroratini aniqlash apparati, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Analitik kimyo laboratoriyasida ishlaganda
asosiy xavfsizlik qoidalari:

1. Ushbu instruksiya bilan tanishmasdan turib talabalar, aspirantlar va ilmiy xodimlarga laboratoriyada ishlashga ruxsat berish qat'iy taqiqlanadi. Xodimlarning instruktajdan o'tganligi xavfsizlik texnikasi laboratoriya jurnaliga imzo qo'yish bilan qayd qilinadi. Laboratoriya rahbari bu javobgarlikni o'z zimmasiga oladi.

2. Laboratoriyada ish bajarish vaqtida tozalik, tartib va xavfsizlik texnikasi qoidalariga rioya qiling. Chunki tartibsizlik, shoshqaloqlik yoki ishdagi pala-partishlik ko'pincha oqibati og'ir bo'lgan baxtsiz hodisalarga olib keladi.

3. Laboratoriyada suv ichish, ovqatlanish va chekish qat'iyan ma'n qilinadi.

4. O'qituvchi bilan ish rejasini kelishib olmasdan talabalarni ishga kirishishi ma'n qilinadi.

5. Hamma kimyoviy reaktivlarni faqat mahsus moslashgan etiketkalangan idishlarda saqlash kerak. Qattiq yoki suyuq bo'lishidan qat'iy nazar bir soat ham etiketkasiz yoki yozuvsiz saqlanishi mumkin emas.

6. Suv va elektr asboblarni ishlatish tugashi bilan tezlikda foydalanilgan jo'mraklarini yoping, elektr asboblarni o'chiring. Laboratoriyadan chiqaturib kimyoviy jarayonlarni tugaganligini stollarda, mo'rili shkafda, keyin tashqaridagi elektr tokini, suv o'chirilganligini tekshirib ko'ring.

7. Har bir tahlil asbobini ishlatishdan oldin unda ishlash tartib qoidalarini yaxshilab o'rganish va ularga qat'iy rioya qilmoq lozim, chunki ulardan olingan natija bo'yicha dori vositasining sifatiga baho beriladi. U asboblarda noto'g'ri ishlash esa natijalarning noto'g'ri chiqishiga va dori sifatiga xato baho berishga sabab bo'ladi.

8. Xavfsizlik qoidalarini buzgan shaxslar ma'muriyat tomonidan javobgarlikka tortiladi.

Kislota va qaynoq moddalar bilan ishlash qoidalari.

1. Sulfat kislotani suyultirish suvga kislotani quyish yo'li bilan o'tkaziladi. Bu ish faqat issiqqa chidamli va chinni idishlarda olib boriladi. Chunki bunda ancha miqdorda issiqlik ajralib chiqadi.

2. Kuchli nitrat, sulfat va xlorid kislotalarini bir idishdan ikkinchisiga quyish faqat ishlayotgan mo'rili shkafda bajarilishi kerak. Shkaf eshiklari imkoni boricha yopilgan bo'lishi kerak.

3. Kuchli kislotalar bilan ishlashda himoya ko'zoynaklarini taqish kerak. Tutun chiqib turadigan nitrat kislota hamda olium bilan ishlaganda ko'zoynaklardan tashqari uzun rezina fartuk (etak, peshband) taqib olish kerak.

4. Etil spirti, efir, benzol, atsetonsirka, etil efiri, ayniqsa uglerod sulfidi, nitrol efir va boshqa yoqilg'i va oson yonuvchi suyuqliklar bilan ishlashda ochiq olov, ochiq alanga, kuchli qizdirilgan yuza yaqinida (misol uchun elektr plitkada) qizdirish o'kazish qat'iy ta'qiqlanadi.

Kuyish va zaharlanish hollarida laboratoriyada ko'rsatiladigan birinchi yordam

1. Termik kuyishda tezlik bilan kuygan joy bir necha marta taninning spirtli eritmasi bilan ho'llanishi kerak (kaliy permanganat yoki etil spirti bilan ham namlash mumkin) va kuyishga qarshi bo'lgan maz (moy), sulfidin emulsiyasi (qorishmasi) surtiladi.
2. Kislotalardan kuyganda oldin kuygan joy yaxshilab suv bilan, keyin natriy bikarbonat eritmasi bilan yuviladi.
3. O'yuvchi ishqorlar bilan kuyganda, kuygan joyni yaxshilab suv bilan, keyin suyultirilgan sirka kislotasi bilan yuviladi. Ishqorlar va ammiak eritmasini ko'zga tushishi ayniqsa havfli, qattiq ishqorlarni maydalashda albatta ko'zoynak taqish kerak.
4. Xlor yoki brom bug'lari yutilgan xollarda spirt bug'lari bilan nafas olish kerak. Keyin esa toza, ochiq xavoga chiqish kerak.
5. Laboratoriyada ishlaganda asosiy e'tiborni ko'zni himoya qilishga qaratish kerak. Ko'zga har hil kimyoviy reaktivlar tushgan hollarda tezlikda og'riqqa e'tibor bermagan xolda, ko'zni 3-5 minut davomida ko'p miqdordagi suv bilan yuvish kerak. Keyin agar ko'zga tushgan modda kislotalar reagent bo'lsa bor kislotasi eritmasi bilan yuvish kerak. Birinchi yordamni bunday tadbirlaridan keyin vrachga murojaat qilish kerak.

MODDANING QAYNASH HARORATINI ANIQLASH

Qaynash harorati – moddaning normal bosim ostida 101,325 kPa (760 mm simob ustuni) qaynash boshlanishidagi harorat bilan qaynashning tugashidagi harorat oralig'idir.

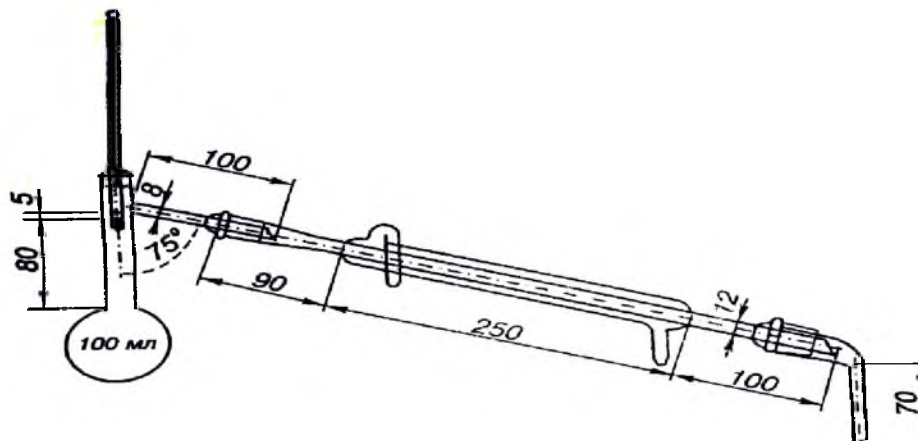
Yig'uvchi kolbaga dastlabki 5 tomchi haydalganidagi harorat qaynashning boshlanish harorati, olingan moddaning 95%i haydalgandagi harorat esa qaynash tugashining harorati hisoblanadi.

Qaynash harorati aniqlanuvchi uskuna quyidagi qismlardan iborat (4 - rasm):

1. Bo'ynining o'rtasidan naycha chiqarilgan, haroratga chidamli shishadan tayyorlangan, 100 ml hajmli haydash kolbasi.
2. Haroratga chidamli shishadan tayyorlangan sovitgich. Sovitkichdan chiqqan naycha yig'uvchi kolbaga tushirish uchun qayrilgan bo'lishi yoki sovitgich alonj bilan tutashtirilishi mumkin. Qaynash harorati 150⁰Cdan past bo'lgan suyuqliklar suv bilan, 150⁰Cdan yuqori bo'lganlari esa havo yordamida sovitiladi.
3. Yig'uvchi idish sifatida silindr yoki graduirlangan kolba olinadi.
4. 0,5⁰Cdan graduirlangan termometr.
5. O'rtasi dadiametri 2 – 3 sm tirqishli bo'lgan 12x12 sm o'lchamli, qalinligi 3 mm asbest karton.
6. Kerakli harorat, havfsizlik va haydalish nazoratini ta'minlovchi qizdirish manbai (gaz gorelkasi, suv hammomi, elektr qizdirgich va h.k.).
7. Haydash kolbasi va sovitgichni mahkamlash uchun ikkita shtativ.

4-rasm.

Qaynash haroratini aniqlovchi uskuna



Aniqlash tartibi:

Haydash kolbasiga tiqin yordamida simob sharchasining ustki qismi kolbadan chiqarilgan naychadan 1 sm pastda turadigan tarzda termometr o'rnatilib, shtativga o'rnatilgan asbest karton tirqishini zich berkitiladigan holatda haydash kolbasi qisqich yordamida shtativga mahkamlanadi. Kolbadan chiqqan naycha shlif yoki tiqin yordamida sovitgich esa alonj yordamida yig'uvchi idish bilan tutashiriladi.

50 ml tekshiriluvchi suyuqlik silindrda o'lchab olinib, voronka yordamida haydash kolbasiga solinadi va kolbaga bir necha bir tomoni kavsharlangan kapillar yoki mayda chinni bo'lagi solinib, alonj yoki sovitgichdan chiqqan naycha 2,5 sm yig'uvchi idishga tushib turadigan holatda o'rnatiladi.

Qizdirish boshlangach, qaynashning boshlanish holati belgilab olinadi va qizdirish minutiga 3 – 4 ml suyuqlik haydaladigan qilib moslanadi. Olingan suyuqlikning 95%i haydalgach, qaynashning tugash harorati aniqlanadi.

Kuzatilgan qaynash harorati formula yordamida normal atmosfera bosimiga qayta hisoblanadi:

$$T_{\text{kuzatilgan}} = T + K (P - P_1)$$

T — kuzatilgan qaynash harorati;

P — normal barometrik bosim (101,3 kPa);

P₁ — tajriba o'tkazilgan muhit barometrik bosimi;

K — bosimning har bir mm simob ustuniga bo'lgan inkrement.

Kuzatilgan qaynash harorati, °C	K ning qiymati
0°C dan past	0,04
100°C dan 140°C gacha	0,045
141°C dan 190°C gacha	0,05
191°C dan 240°C gacha	0,055
240°C dan ko'p	0,06

Ikki ketma-ket aniqlash natijasida kuzatilgan qaynash harorati orasidagi farq 1°C dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Dori moddalarning cuyuqlanish haroratini aniqlash

Davlat farmakopeyasining XI nashrida suyuqlanish haroratini aniqlashning 4 xil usuli keltirilgan.

1- **usul:** qizdirishga chidamli, oson maydalanadigan qattiq moddalar uchun.

1a- **usul:** qizdirishga chidamsiz, oson maydalanadigan qattiq moddalar uchun.

2, 3 - **usul:** oson maydalanib kukun hosil qilmaydigan, yog', mum, parafin, vazelin va smolalar uchun.

1-, 1 a - va 2 - usullar bilan suyuqlanish harorati ikki turdagi uskunalar yordamida aniqlanadi.

Aniqlash tartibi

1- va 1a – usul:

Dori modda maydalanib, 100-105°C da 2 soat quritiladi yoki sulfat kislota solingan eksikatora 24 soat saqlanib quritilgach, bir uchi berkitilgan, diametri 0,9 – 1,0 mm, shishaning qalinligi 0,1 mm dan 0,15 mm gacha bo'lgan kapillarga solinadi.

Bu kapilyarlarning uzunligi PTP uskunasi aniqlash uchun 20 sm, ikkinchi uskunada aniqlash uchun esa 6 – 8 sm bo'lishi lozim. Kapillarga solingan moddaning shibbalanishi uchun bir necha marta vertikal holdagi balandligi 50 sm li shisha naychadan sirti qattiq joyga tushiriladi. Kapillarga joylangan modda qatlamining balandligi 3 mm bo'lib, modda solingan kapillar aniqlashdan avval eksikatora saqlanadi.

Ikkinchi usulda ichki probirkasining tubidan 1 sm masofaga termometr joylashtiriladi.

Ikkala uskunada ham dastlab yuqori tezlikda, suyuqlanishga 10°C qolganidan boshlab esa sekinlik bilan qizdiriladi.

Moddaning mo'ljallanayotgan suyuqlanish haroratiga 10°C qolganda uskunaga aniqlanuvchi modda solingan kapillarlar o'rnatiladi. Kapillyarlar tubi termometrda simob sharchaning o'rtasida turadigan qilib joylashtiriladi.

1-usul bilan suyuqlanish harorati aniqlanganda, 100°C dan past haroratda suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga $0,5 - 1^{\circ}\text{C}$; 100°C dan 150°C gacha suyuqlanadigan moddalar uchun minutiga $1 - 1,5^{\circ}\text{C}$ va 150°C dan yuqori suyuqlanish haroratiga ega bo'lgan moddalar uchun esa minutiga $1,5 - 2^{\circ}\text{C}$ tezlik bilan qizdirish tavsiya etiladi.

1a-usulda qizdirish tezligi minutiga $2,5 - 3^{\circ}\text{C}$ etib belgilangan. Bir necha marta aniqlash natijasida olingan (bir-biridan 1°C dan ko'pga farqlanmaydigan) qiymatlarning o'rtacha arifmetigi moddalarning suyuqlanish harorati deb belgilanadi.

2-usul:

a) yumshoq moddalar uchun: birinchi uskunada uzunligi 20 sm, ikkinchi uskunada esa 6—8 sm, ichki diametri 1—2 mm bo'lgan, ikkala uchi ham berkitilmagan kapillar 10 mm qatlam hosil bo'lguniga qadar aniqlanuvchi moddaga tushiriladi.

b) qattiq moddalar uchun: aniqlanuvchi modda iloji boricha past haroratda suv hammomida suyultirilgach, kapillarga olinib, 0°C haroratda 2 soatga qoldiriladi.

U yoki bu (a yoki b) tartibda to'ldirilgan kapillarlardagi moddaning suyuqlanish harorati 1-usulda ko'rsatilgan tarzda aniqlanadi. Modda qatlami suyuqlanib, kapillar bo'ylab ko'tarilganidagi harorat suyuqlanish harorati deb belgilanadi

3-usul

Suyuqlanish harorati aniqlanuvchi modda idishchaga shibbalanib, gilzaning pastki qismiga o'rnatilgach, termometrning simob sharchasi moddaga o'rnashishi natijasida aniqlanuvchi moddaning ortiqchasi gilza tirqishdan chiqib ketadi. Gilza yaxshilab artilgach, uzunligi 19—21 sm, diametri 4—4,5 sm bo'lgan probirkaning tubidan 2,5 sm yuqoriga o'rnatiladi. Probirka $2/3$ qism suv bilan to'latilgan stakanga uning tubidan 2,5 sm yuqoriga vertikal holda mahkamlanib, stakandagi suv aralashtirgich bilan aralashtirib turilgan holda qizdiriladi. Moddaning suyuqlanishiga $15 - 20^{\circ}\text{C}$ qolganida, qizdirish tezligi minutiga 10°C ga keltiriladi. Idishcha tirqishi - e dan suyuqlangan moddaning birinchi tomchisi oqib tushgandagi harorat moddaning suyuqlanish harorati deb olinadi.

Guruh bilan ishlash

Guruhning har bir a'zosi:

- o'z sheriklarining fikrlarini hurmat qilishlari lozim;
- berilgan topshiriqlar bo'yicha faol, hamkorlikda va mas'uliyat bilan ishlashlari lozim;
- o'zlariga yordam kerak bo'lganda so'rashlari mumkin;
- yordam so'rganlarga ko'mak berishlari lozim;
- guruhni baholash jarayonida ishtirok etishlari lozim;
- "Biz bir kemadamiz, birga cho'kamiz yoki birga qutilamiz" qoidasini yaxshi bilishlari lozim.

Guruhlar uchun topshiriqlar.

I-guruh vazifasi

1. Moddaning qaynash harorati haqida ma'lumot bering.
2. Qaynash haroratini aniqlash asbobini tushuntiring.

II-guruh vazifasi

1. Moddaning qotish harorati haqida ma'lumot bering.
2. Moddaning qotish haroratini aniqlash tartibini tushuntiring.

III-guruh vazifasi

1. Moddaning suyuqlanish harorati haqida ma'lumot bering.
2. Moddaning zichligi va uni aniqlash haqida ma'lumot bering.

CHARXPALAK USULI

№	Kuzatilgan qaynash harorati, °C	bosimning har bir mm simob ustuniga bo'lgan inkrement qiymatini toping				
		0,04	0,045	0,05	0,055	0,06
1	0°C dan past					
2	100°C dan 140°C gacha					
3	141°C dan 190°C gacha					
4	191°C dan 240°C gacha					
5	240°C dan ko'p					

Modda qaynash haroratini aniqlaganda kuzatilgan haroratga qarab to'g'ri keladigan inkrementni

Olingan bilimlarni tekshirish uchun savollar

1. Suyuqlanish haroratini aniqlashning turli variantlarini tushuntiring. Aniqlash ketma-ketligi va tartibini ko'rsating.
2. Suyuqlanish haroratining depressiyasi nima? U qachon va qanday maqsadlarda aniqlanadi?
3. Dori moddalarining suyuqlanish haroratini aniqlash davomida qanday jarayonlar ketadi?
4. Suyuqlanganida rangi o'zgaradigan, ko'piradigan va kapillyar bo'ylab ko'tariladigan substansiyalarga misollar keltiring.
5. Suyuqlanish haroratini aniqlash uskunasi solinadigan suyuqliklarni ko'rsating. Ularni nima maqsadda solinishini va nima sababdan turlicha bo'lishini tushuntiring.
6. Qotish haroratini aniqlash tartibini ko'rsating.
7. Mo'miyo, vosk, vazelin va vazelin moyining qotish haroratlari qanday aniqlanishini tushuntiring.
8. Qotish haroratining farmatsevtik tahlilda va texnologiyadagi ahamiyatini tushuntiring.
9. Qanday dori vositalarining qaynash haroratlari aniqlanadi?
10. Dori vositalarining qaynash harorati nima maqsadda aniqlanadi?
11. Qaynash haroratini aniqlash uskunasi chizing va har bir qismining mohiyati, funksiyasini tushuntiring.
12. Suyuqlanish haroratining tuzatilgan ko'rinishi formulasini yozing.
13. Suyuqlanish haroratini tuzatilgan qiymati nima maqsadda hisoblanadi?
14. Suyuqlanish haroratiga kiritiladigan inkrement nima va u qanday qiymatga ega?

2-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. DORI MODDALARINIG QOVUSHQOQLIGI, ZICHLIGI VA NAMLIGINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Dori modasining qovushqoqligini aniqlash.
2. Dori moddasining zichligini aniqlash.
3. Dori moddasining namligini aniqlash

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarni dori vositalarining qovushqoqligini, zichligini va namligini aniqlashni amaliyotda ko'rsatish, bunda ishlatiladigan moslama bilan tanishtirish, shu moslamani ishga tayyorlash bosqichlari bilan tanishtirish va aniqlashni o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

1. Viskozimetr yordamida qovushqoqlikni aniqlashadi ;
2. Dori moddasining zichligini piknometr yordamida o'lchashni o'rganishadi;
3. Dori moddasining namligini aniqlashni o'rganish ;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, Viskozimetr, piknometr, vlagomer, voronka, probirkalar, reaktivlar, quritish shkafi, ko'rgazmali materiallar, gaz gorelkasi, skotch, qog'oz.

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Dori moddasining qovushqoqligini aniqlash.

Qovushqoqlik (ichki ishqalanish) – oquvchi jismlarning bir qismini ikkinchi qismiga nisbatan harakatlanishiga ko'rsatadigan qarshiligidir.

Suyuqliklar uchun asosiy kinematik o'zgaruvchilar ularning deformatsiyasi va tezligidir.

Shuning uchun suyuqlikning reologik tavsifini o'rganish uchun uning kinematik o'lchamlari bilan qo'yilgan tashqi yuklama orasidagi bog'liqlikni belgilash lozim bo'ladi.

Qovushqoqligi surilish kuchlanishiga bog'liq bo'lmay ma'lum konsentratsiya va haroratda Nyuton qonuniga ko'ra doimiy bo'lgan suyuqliklar Nyuton suyuqliklari deb ataladi. Suyuqlik Nyuton suyuqligi bo'lmasa Nyuton qonuniga bo'ysunmaydi va uning qovushqoqligi surilish kuchlanishiga bog'liq bo'ladi.

Suyuqliklar qovushqoqligining dinamik, kinetik, nisbiy, solishtirma, keltirilgan va tavsiflangan turlari mavjud. Nyuton suyuqliklari uchun asosan tuzilish qovushqoqligi xos. Tuzilish qovushqoqligi (samarali qovushqoqlik) – suyuqlikning ma'lum surilish kuchlanishidagi qovushqoqligidir.

Dinamik qovushqoqlik yoki qovushqoqlik koeffitsienti (η – eta) – yuza birligiga tushadigan tangentsial tenglama bo'lib, surilish kuchlanish ham deb atalib (τ), paskallarda ifodalanadi (Pa).

Dinamik qovushqoqlik qatlam maydoni 1 m^2 bo'lgan suyuqlikni parallel harakatlanish yuzasida sekundiga 1 metr ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$) tezlik bilan ikkinchi qatlamga nisbatan 1 metr masofaga siljitish uchun kerak bo'ladigan surilish kuchlanishidir:

$$\eta = \frac{T}{D}$$

D –siljish tezligi.

Dinamik qovushqoqlik (η) odatda puazlarda yoki santipuazlarda ifodalanadi ($1 \text{ spz} = 0,01 \text{ pz}$).

Agar siljish kuchlanishi 1 din/sm^2 bo'lib, 1 s^{-1} siljish tezligini hosil qilsa uning qovushqoqligi 1 pz bo'ladi. SI sistemasida dinamik qovushqoqlik paskal-sekundlar ($\text{Pa} \times \text{S}$) yoki millipaskal – sekundlar ($\text{Pa} \times \text{S}$) bilan ifodalanadi.

Kinematik qovushqoqlik metr kvadrat-sekundlar bilan ifodalanib dinamik qovushqoqlikni suyuqlikning kg/m^3 bilan ifodalangan zichligiga nisbati orqali hisoblanadi:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}$$

Kinematik qovushqoqlik odatda stoks yoki santistokslar bilan ifodalanadi. SI sistemasida esa m^2/s yoki mm^2/s larda o'lchanadi:

$$1 \text{ st} = 10^{-4} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}.$$

Ba'zan bir suyuqlik qovushqoqligini ikkinchi suyuqlik qovushqoqligiga nisbatan – nisbiy qovushqoqligini aniqlashga to'g'ri keladi (η_{nisbiy}).

Solishtirma qovushqoqlik eritma qovushqoqligining qaysi qismi unda erigan moddaga bog'liqligini ifodalaydi:

$$\eta_{\text{con}} = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{\eta}{\eta_0} - 1 = \eta_{\text{нисбий}} - 1$$

η - eritmaning qovushqoqligi

η_0 – erituvchining qovushqoqligi

Solishtirma qovushqoqlikning eritma konsentratsiyasiga nisbati – keltirilgan qovushqoqlik deyiladi:

$$\eta_{\text{кел}} = \frac{\eta_{\text{сол}}}{C}$$

Polimer moddalarning kimyoviy tuzilish tavsifini aniqlashda keltirilgan qovushqoqlik nol kontsentratsiya uchun hisoblanib tavsifiy qovushqoqlik tushunchasi bilan ifodalanadi $[\eta]$:

$$[\eta] = \lim_{C \rightarrow 0} \eta_{\text{кел} m} = \lim \frac{\eta_{\text{сол}}}{C}$$

Tavsifiy qovushqoqlik eritma kontsentratsiyasiga teskari bo'lgan birliklarda ifodalanadi. Qovushqoqlik kapillyar, rotatsion va tushuvchi sharli viskozimetrlarda aniqlanadi.

Nyuton suyuqliklarining qovushqoligini aniqlashda kapillyar viskozimetrlardan foydalaniladi.

Rotatsion viskozimetrlar bilan Nyuton eritmasi bo'lmagan eritmalarning reologik xossalarini siljish tezligini keng diapazonda ham aniqlash mumkin.

Tushuvchi sharikli viskozimetrlar yordamida (Gepple viskozimetri) tiniq nyuton eritmalarining qovushqoqligi aniqlanadi.

Yuqori molekulyar birikmalar eritmasi qovushqoqligini haroratga bog'liqligini aniqlash.

Ishni bajarish variantlari

1. 2 % li jelatina eritmasi
2. 0,5 % li agar – agarining suvli eritmasi

Ishni bajarish tartibi:

1. Viskozimetr xromli aralashma, so'ng tozalangan suv bilan yuvilib, quritish javonida quritiladi.
2. 10 minut davomida viskozimetr termostatda doimiy haroratda ushlab turiladi.
3. Xona haroratida erituvchining T_0 , tekshiriluvchi eritmaning T yana erituvchining viskozimetrlarda oqish tezligi o'lchanadi. O'lchash 5 marotaba bajariladi.
4. Termostat 40, 50, 60, 70⁰S haroratga qo'yilib, har gall yuqorida ko'rsatilgan tartibda o'lchanadi. Olingan qiymatlar va natijalar jadvalda qayd qilinadi:

Tekshiriluvchi eritma	t ^o C	Suyuqliklarning oqish vaqti T,s					η_{nisbiy}	H_{sol}
		1	2	3	4	5		
Erituvchi								
Eritma								

5. Tajriba qiymatlari asosida nisbiy va solishtirma qovushqoqliklar hisoblanadi.

2- ish. Eritmalarning qovushqoqligini ularning kontsentratsiyasiga bog'liqligi.

Ish bajarish tartibi:

1. Viskozimetr ishlash uchun tayyorlanadi.
2. Jelatinaning 0,5 % dan 5 % gacha oraliqdagi 5 ta kontsentratsiyadagi eritmasi tayyorlanadi.
3. Viskozimetrdagi erituvchi va eritmaning oqish tezliklari o'lchanadi (5 martadan turli kontsentratsiyalarda).
4. Olingan qiymatlar va natijalar jadvalda qayd qilinadi:

C	Suyuqliklarning oqish vaqti T, s					η_{nisbiy}	H_{sol}
	1	2	3	4	5		

- Viskozimetr erituvchi bilan yaxshilab yuviladi va yana uning oqish tezligi aniqlanadi.
- Eritmalarning solishtirma qovushqoqligi aniqlanib, uning eritma konsentratsiyasiga bog'liqlik grafigi chiziladi.

3-ish. Eritmaning pH ni oqsil eritmasining qovushqoqligiga ta'siri.

Ishni bajarish ketma-ketligi:

- Jadvalda ko'rsatilgandek alohida probirkalarda jelatin - buferli eritmasi tayyorlanadi.

Tarkibiy qismlar. sm^3	probirka raqamlari								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
$0.1 \text{ mol} \times \text{dm}^{-3} \text{ CH}_3\text{COONa}$	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
$0.1 \text{ mol} \times \text{dm}^{-3} \text{ CH}_3\text{COOH}$	0,12	0,25	0,50	1,0	2,0	4,0	-	-	-
$1 \text{ mol} \times \text{dm}^{-3} \text{ CH}_3\text{COOH}$							0,8	1,0	1,2
H_2O	3,88	3,75	3,5	3,0	2,0	-	3,2	3,0	2,8
1% jelatina eritmasi	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0

Har bir aralashmani hajmi bir xil bo'lganligi uchun, hamma probirkadagi aralashmalar konsentratsiyasi bir xil bo'ladi.

- Tayyorlangan eritmalarning pH aniqlanadi ("potentsiometriya").
- Eng kichik pH dan boshlab eritmaning oqib chiqish vaqti aniqlanadi. (1-3).
- Harorat har bir tajribada aniqlanadi. Jadval to'ldiriladi.

№	Eritma pH	Oqib chiqish vaqti						$\eta_{\text{нис}}$	$\eta_{\text{сол}}$
		1	2	3	4	5	η		
H_2O								-	-

- har xil pH li eritmalarning nisbiy va solishtirma qovushqoqligi aniqlanadi.
- $\eta_{\text{сол}} = f(\text{pH})$ grafik tuziladi va oqsilning izoelektrik nuqtasi belgilanadi.

4 – ish. Yuqori molekularli birikmaning molekulyar massasini aniqlash.

Ishni bajarish:

№	Polimer	erituvchi	K	α
1	Polistirol	benzol	$1,23 \cdot 10^{-4}$	0,72
2	Polistirol	toluol	$1,34 \cdot 10^{-4}$	0,71
3	Polimetilmetakrilat	atseton	$7,5 \cdot 10^{-5}$	0,70
4	Polimetilmetakrilat	xloroform	$4,8 \cdot 10^{-5}$	0,80
5	Polimetilmetakrilat	toluol	$7,0 \cdot 10^{-5}$	0,72
6	Polimetilmetakrilat	benzol	$0,94 \cdot 10^{-4}$	0,76
7	Poliakrilonitril	dimetilformamid	$2,33 \cdot 10^{-4}$	0,75
8	Polivinilxlorid	siklogeksanon	$2,04 \cdot 10^{-3}$	0,56
9	Polivinilatsetat	atseton	$1,02 \cdot 10^{-4}$	0,72
10	Karboksimetilsellyuloza	suv	$1,23 \cdot 10^{-4}$	0,70

- 2 – ishning 1-5 punktlari bo'yicha bajariladi.
- har bir konsentratsiyali polimer eritma uchun keltirilgan qovushqoqlik hisoblanadi va $\eta_{\text{rel}} = f(C)$ bog'liq grafik tuziladi.
- Grafik orqali o'ziga xos qovushqoqlik aniqlanadi.

4. $y = ax + b$ formula orqali keltirilgan qovushqoqlikdan foydalanib, $[\eta]$ ning qiymati aniqlanadi.

$$U = \eta_{\text{kelm}}$$

$$[\eta] = \sum_{i=1}^n c_i^2 \sum_{i=1}^n \eta_{\text{kelm}, i} - \sum_{i=1}^n (c_i \eta_{\text{kelm}}) \sum_{i=1}^n c_i$$

$$n \sum_{i=1}^n C_i^2 - \left[\sum_{i=1}^n C_i \right]^2$$

5. $[\eta] = K M^{\alpha}$ orqali polimer eritmasining molekulyar massasi hisoblanadi. K va α koeffitsientlari jadvaldan olinadi.

2. Dori moddasining zichligini aniqlash

Zichlik hajm birligidagi moddaning massasi bo'lib,

$$\rho = m/V$$

formula bilan ifodalanadi. Agar modda massasi grammlarda, hajmi kub santimetrlarda o'lchansa, ρ g/sm³ da ifodalanadi.

Davlal farmakopeyasida zichlikni piknometr yoki areometr yordamida aniqlash tavsiya etilgan.

Aniqlash tartibi:

1-usul. Bu usul yordamida suyuqliklarning zichligini 0,001 aniqlikda o'lchash mumkin.

Toza, quruq piknometr 0,0002 g aniqlikda tortib olinib, voronka yordamida belgisining yuqoriroq qismiga tozalangan suv bilan to'latilib, tiqin bilan berkitilgach, harorati 20°C bo'lgan termostatda 20 minutga qoldiriladi. Piknometrda ortiqcha suv pipetka yoki filtr qog'oz yordamida belgisigacha keltirilib tiqin bilan berkitilgach, yana 10 minutga termostatga qo'yilib, filtr qog'oz bilan yaxshilab artilgach tortiladi.

Piknometrda suv to'kilib, bo'sh piknometr avval spirt, so'ng efir bilan chayilib quritiladi. Piknometrni qizdirish orqali quritish tavsiya etilmaydi.

So'ng piknometrga tekshiriluvchi suyuqlik solinib, yuqorida ko'rsatilgan ishlar bajarilgach tortiladi. Moddaning g/sm³ lardagi zichligi formula yordamida hisoblanadi:

$$\rho = \frac{(m_2 - m) \cdot 0,9973}{m_1 - m} + 0,0012$$

m — bo'sh piknometrning grammlardagi massasi;

m_1 — tozalangan suv bilan to'ldirilgan piknometrning grammlardagi massasi;

m_2 — tekshiriluvchi suyuqlik solingan piknometrning massasi;

0,9973 — 20°C dagi suvning zichligi;

0,0012 — 20°C haroratda 101,3 kPa (760 mm sim. ust) barometrik bosimdagi havoning zichligi.

2-usul. Bu usulda suyuqliklarning zichligini 0,01 aniqlikda o'lchash mumkin.

20°C haroratdagi suyuqlik silindrga solinib, unga aniqlanuvchi zichlik kattaligiga mos shkalasi bo'lgan areometr tushiriladi. Areometrning suyuqlikda cho'kib ketmasligiga ishonch hosil qilmaguncha qo'yib yuborilmaydi va u silindr devorlariga hamda tubiga tegib turmasligi kerak. O'lchash 3-4 minutdan so'ng bajarilib, qiymat suyuqlikning pastki meniskidan hisoblanadi.

Uchuvchan eritmalarning zichligi bu usul bilan aniqlanmaydi. Aniqlanuvchi eritma rangli bo'lsa, zichlik qiymati meniskning yuqorisidan hisoblanadi.

3-usul. Bu usul qattiq holdagi yog' va mumlarning zichligini aniqlash uchun qo'llaniladi.

Dastlab bo'sh piknometr aniqlikda tortib olinadi va unga 20°C haroratdagi suv solib, aniqlikda tortiladi.

Suv to'kib yuborilib, piknometr quritilgach, pipetka yordamida qizdirib, eritilgan yog' yoki mum

piknometrnin $\frac{1}{3}$ dan $\frac{1}{2}$ qismigacha hajmini egallaydigan miqdorda solinadi. Bir soatga tiqinsiz issiq suv hammomiga qo'yiladi va 20°C gacha sovutilib tortiladi. So'ng yog' yoki mumning ustiga belgisigacha suv solib quruq holigacha artilgach, yana tortiladi. Ikkala fazada va ularning ajralish yuzasida havo pufakchalari bo'lmasligiga e'tibor qaratiladi. Zichlik quyidagi formula orqali hisoblanadi.

$$\rho_{20} = \frac{(m_2 - m) \cdot 0,9973}{(m_1 + m) - (m + m_3)} + 0,0012$$

m —bo'sh piknometning grammlardagi massasi;

m_1 -tozalangan suv bilan to'ldirilgan piknometning grammlardagi massasi;

m_2 — piknometning undagi yog' yoki mum bilan birgalikda grammlardagi massasi;

m_3 — piknometning yog' (mum) va suv bilan grammlardagi massasi.

3. Dori moddasining namligini aniqlash

Namlik analizatori- tekshiriluvchi materialdagi namlik darajasini aniqlash uchun mo'ljallangan ixcham qurilma bo'lib, ular tahlilni soddalashtirish, tahlil tezligini oshirish va aniq natijaga erishish imkonini beradi. Qurilmaning ish prinsipi asosida termogravimetrik usul yotadi. Namlik analizatori tekshiriluvchi moddani isitish moduli yordamida quritadi. Ob'ektning massasi quritishdan oldin va quritishdan keyin o'lchanadi. Qurilma shu ma'lumotlar asosida xom ashyoning namligini hisoblab chiqaradi. SHunday qilib namlik analizatori bitta korpusda ham quritish, ham tarozi modulini birlashtirgan bo'ladi. Namlik analizatorida namlikni o'lchash uchun o'rtacha 5-10 daqiqa sarflanadi.

Guruh bilan ishlash

Guruhning har bir a'zosi:

- o'z sheriklarining fikrlarini hurmat qilishlari lozim;
- berilgan topshiriqlar bo'yicha faol, hamkorlikda va mas'uliyat bilan ishlashlari lozim;
- o'zlariga yordam kerak bo'lganda so'rashlari mumkin;
- yordam so'rganlarga ko'mak berishlari lozim;
- guruhni baholash jarayonida ishtirok etishlari lozim;
- "Biz bir kemadamiz, birga cho'kamiz yoki birga qutilamiz" qoidasini yaxshi bilishlari lozim.

Guruhlar uchun topshiriqlar.

I-guruh vazifasi

1. Moddaning namligini aniqlash tartibini tushuntiring.

II-guruh vazifasi

1. Moddaning qovushqoqligi haqida ma'lumot bering.

III-guruh vazifasi

1. Moddaning zichligi harorati haqida ma'lumot bering.

Olingan bilimlarni tekshirish uchun savollar

1. Suyuq dori moddalarining zichligini aniqlashning farmakopeyaviy usullarini ko'rsating.
2. Dori moddalarining zichligi qanday omillarga bog'liqligini tushuntiring.
3. Areometr yordamida eritmalarining chinligini aniqlash tartibini ko'rsating.
4. Densimetrlar bir-biridan qanday farqlanadi?
5. Areometrlar yordamida zichlik qanday aniqlikda o'lchanadi?
6. Piknometrda zichlikni aniqlashning tartibini ko'rsating.
7. Piknometrda aniqlangan zichlik qaysi formula yordamida hisoblanadi?
8. Piknometr yordamida aniqlangan zichlik formulasidagi 0,9973 qiymatini izohlang.

9. Piknometr yordamida aniqlangan zichlik hisoblash formulasidagi 0,0012 qiymatini tushuntiring.
10. Eritmalarning qovushqoqligi qaysi dori preparatlarida aniqlanadi?
11. Dinamik qovushqoqlik qiymati qaysi formula yordamida hisoblanadi?
12. Knematik qovushqoqlik nima va u qaysi formula yordamida hisoblanadi?

3-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. POTENSIOMETRIK USULDA DORI VOSITASINI TAHLILINI AMALGA OSHIRISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Potensiometrik titrlash usuli haqida ma'lumot.
2. Potensiometrik titrlash orqali Ampitsillinning 250 - 500mg jelatinli kapsulasi miqdoriy tahlili
3. Potensiometrik titrlash orqali parchalanish mahsulotlarini aniqlash.

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarni potensiometrik tahlil usulining nazariy asoslarini amaliyotda ko'rsatish, bunda ishlatiladigan moslama bilan tanishtirish, shu moslamani ishga tayyorlash bosqichlari bilan tanishtirish va unda tahlilni amalga oshirish ko'nikmasini shakllantirish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Potensiometrni ishga tayyorlash;
- Ampitsillinning 250-500mgli jelatinli kapsulasini potensiometrik usulda miqdoriy aniqlash;
- Ampitsillin kapsulasining parchalanish mahsulotlarini potensiometrik usulda aniqlash;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, Potensiometr, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Potensiometrik titrlash usuli

Potensiometrik titrlash - neytrallash, cho'kma va kompleks hosil qilish, oksidlanish - qaytarilish va boshqa usullar yordamida bajariladigan miqdoriy tahlilda ekvivalent nuqtani aniqlash uchun qo'llaniladi. Rangli va loyqa eritmalarini titrlash uchun ham ushbu usuldan foydalanish mumkin. Bu usulda titrlash jarayondagi alohida tanlangan elektrod juftligida hosil bo'ladigan elektr yurituvchi kuchini (EYUK) o'lchash orqali titrantni ekvivalent hajmi aniqlanadi.

Tahlil davomida titrlangan eritmani byuretkadan bir xil miqdorda aralashtirib turilgan holda qo'shiladi. Ekvivalent nuqtaga yaqinlashganda titrantni 0,1 ml yoki 0,05 ml dan qo'shib, har gal EYUK o'lchanadi.

Potensiometrik titrlash orqali fenazepam miqdorini aniqlash

0,3 g fenazepam (aniq tortma) 20 ml xloroformda eritiladi, 20 ml. sirka ангидриди qo'shiladi va 0,1 mol/l perxlorat kislotasi eritmasi bilan potensiometrik usulda titrlanadi. Indikator elektrodi sifatida shisha elektrod qo'llanadi. Bir vaqtning o'zida nazorat tajribasi o'tkaziladi. 1 ml 0,1mol/l perxlorat kislota eritmasi 0,03496 g fenazepamga mos keladi (preparatning miqdori 99,0 % dan kam bo'lmasligi kerak).

Potensiometrik titrlash orqali Ampitsillinning 250 - 500mg jelatinli kapsulasi miqdoriy tahlili

Reaktivlar: suyultirilgan natriy gidroksid eritmasi (42 g/l)

perxlorat kislotaning 1 mol/l (suvli) eritmasini tayyorlash uchun (8,6 ml 70% perxlorat kislotasi 100 ml o'lchov kolbasida belgisigacha suv bilan yetkaziladi)

atsetat buferi eritmasi (rN 4,8)

formamid - tahlil uchun toza namunasi

0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi

Aniqlash tartibi:

0,1000 g (aniq tortma) suvsiz ampitsillinga mos keladigan maydalangan kukun titrlash kolbasiga o'tkazilib, suyultirilgan natriy gidroksid eritmasidan qo'shiladi va 10 minut davomida elektromagnit aralashtirgich yordamida aralashtiriladi. So'ngra perxlorat kislotaning 4,6 ml eritmasi, 20ml bufer

eritmasi, 5ml formamid eritmasi qo'shiladi va simob perxlorat eritmasi bilan 0,6 ml/min. tezlikda (platinali va kalomel elektrodleri ishtirokida) potensiometik grafikda bukilishgacha (a - chiqim) titrlanadi.

1 ml 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi 0,01747g suvsiz ampitsillinga mos keladi.

Ampitsillinning foiz miqdori (A) qo'yidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$A = \frac{a \cdot 0,01747 \cdot 100}{n}$$

bunda:

a - 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasining titrlash uchun ketgan ml miqdori.

n - namuna ojirligi, g

Suvsiz ampitsillinning bitta jelatina kapsuladagi miqdori quyidagi formula bo'yicha hisoblanadi:

$$P = (A - B) \cdot \frac{m}{d}$$

d - suvsiz ampitsillinning ko'rsatilgan gramm miqdori, g

A - ampitsillinning foiz miqdori

B - parchalanish mahsulotlarining foiz miqdori

m - bir jelatina kapsulaning o'rtacha ogirligi, g

Potensiometik titrlash orqali parchalanish mahsulotlarini aniqlash

Reaktivlar: formamid-tahlil uchun toza namunasi atsetat bufer eritmasi (rN 4.8)

0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi

Aniqlash tartibi:

0,5g (aniq tortma) suvsiz ampitsillinga mos keladigan maydalangan kukun tortib olinib titrlash kolbasiga utkaziladi, so'ngra 10 ml formamid va 10ml suv qo'shiladi. Aralashma 10 minut davomida ultratovush hammomida tortma erib ketgunicha chayqatiladi. Keyin 20 ml bufer eritmasi qo'shiladi va simob perxlorat eritmasi bilan suvsiz ampitsillin miqdorini aniqlashdagi kabi titrlanadi (b - chiqim).

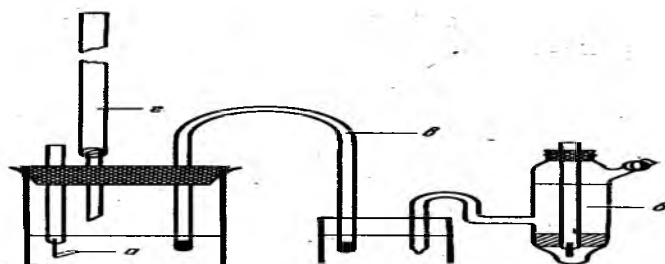
Parchalanish mahsulotlarining foiz miqdori qo'yidagi formula buyicha aniqlanadi:

$$V = \frac{b \cdot 0,01747 \cdot 100}{n}$$

bunda

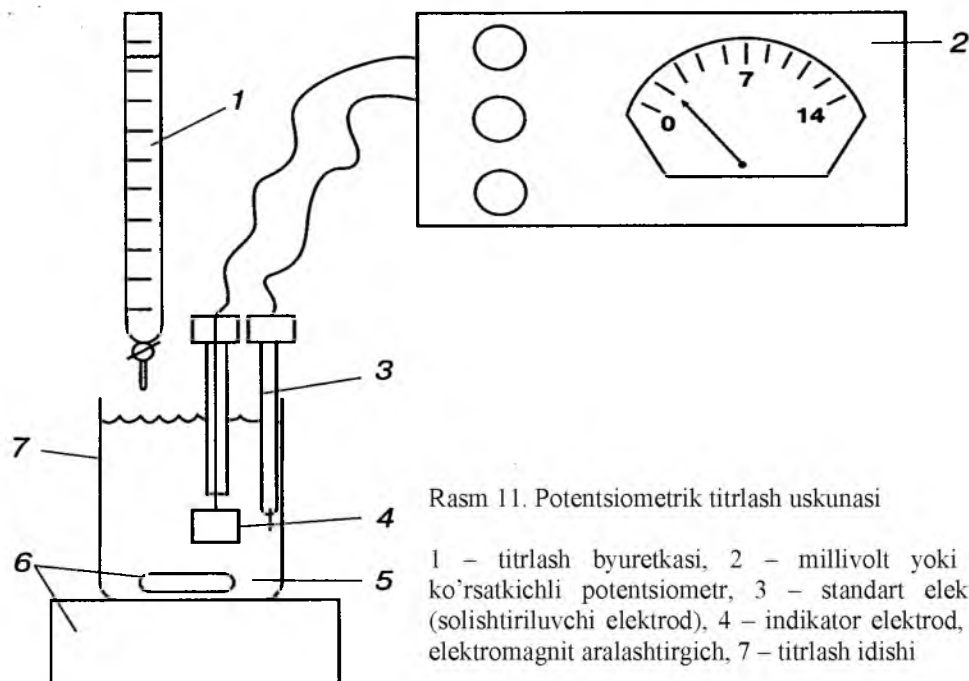
b - titrlash uchun sarflangan 0,05 mol/l simob perxlorat eritmasi miqdori

n - ampitsillin kukunining aniq tortmasi, g.



Rasm 10. Potensiometik titrlashda elektrodlerining joylashish chizmasi

a - indikator elektrod, b - solishtiriluvchi elektrod, v - elektrolitik ko'priq, g - titrlash byuretkasi



Rasm 11. Potentsiometrik titrlash uskunasi

1 – titrlash byuretkasi, 2 – millivolt yoki pH ko'rsatkichli potentsiometr, 3 – standart elektrod (solishtiriluvchi elektrod), 4 – indikator elektrod, 6 – elektromagnit aralashtirgich, 7 – titrlash idishi

4-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. KONDUKTOMETRIYA USULIDA DORI VOSITASINI TAHLIL QILISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Tahlilni olib borishda konduktometrlarni tanlash, hamda ularni ish jarayoniga tayyorlash.
2. Tozalangan suvni konduktometrik tahlilini amalga oshirish.

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni konduktometrik tahlil usullari va unda qo'llaniladigan konduktometrlarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari bilan tanishtirish. Bufer eritmalarni tayyorlashni o'rganish. Suvni tahlilni olib borishda konduktometrlarni tanlash, hamda ularni ish jaraeniga tayyorlash.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Suv bug'i yordamida haydash apparatini yig'ish;
- Biologik ob'ektni suv bug'i yordamida haydash uchun tayyorlashadi;
- “Uchuvchi”zaharli moddlarni suv bug'i yordamida haydab olishni, kimyoviy, farmakologik va fizik-kimyoviy usullarda tahlil qilishni o'rganadilar;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, Konduktometr, byuretk, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz, kompyuter vositalari, standart dasturlar, internet materiallari hamda zamonaviy pedagogik texnologiyalar, ya'ni interaktiv usullari qo'llaniladi.

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Kuchli elektrolit eritma elektr o'tkazuvchanligini eritma konsentratsiyasiga bog'liqligini, birinchi bo'lib 1885 yilda topgan olmoniyalik olim F.V.Kolraush (1840-1910 y) konduktometrik tahlil ixtirochisi hisoblanadi. XX asrni 40 yillarida yuqori chastotali konduktometrik titrlash usuli ishlab chiqildi. XX asrni 60 yillaridan boshlab konduktometrik detektorlar suyuqlik xromatografiyasida qo'llanila boshlandi.

Usulning tamoili. Asosiy tushunchalari

Konduktometrik tahlil elektrolit eritmasining elektr o'tkazuvchanligini eritma konsentratsiyasiga bog'liqligini o'lchashga asoslangan.

Elektrolit eritmasining elektr o'tkazuvchanligi, shisha idish (stakan)ga kavsharlab qo'yilgan ikkita elektroddan iborat elektrokimyoviy yacheykada o'lchanadi. Yacheykadagi elektrolit eritmasidan o'zgaruvchan elektr toki o'tkaziladi. Ko'pchilik elektrodlar platina metallidan tayyorlanadi. Elektrod hajmini oshirish maqsadida uning sirti platinalik tuz eritmasidagi platina ionlarini elektrokimyoviy cho'ktirish vositasida g'ovakli platina bilan qoplanadi (Platinalangan platina elektrodi) 1-rasm.

Elektroliz va elektrodnlarni qutblanishini oldini olish maqsadida konduktometrik o'lchashlar o'zgaruvchan elektr tokida bajariladi.

O'tkazgichlarning birinchi turi- metallardagi kabi, elektrodlar orasidagi eritma qatlamining qarshiligi (R) mazkur qatlam qalinligi (l)ga to'g'ri va elektrodlar yuzasi (S)ga teskari mutanosib

$$R = \rho \frac{l}{S} = \frac{l}{\kappa S} \quad (1)$$

bu tenglamada koeffitsient ρ -solishtirma elektr o'tkazuvchanlik va uning teskari qiymati $\kappa=1/\rho$ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik deb ataladi. Elektr qarshiligi R-om birligida eritmaning qavat qalinligi l-santimetrda, elektrodnlarning yuzasi sm^2 -da o'lchangani sababli solishtirma elektr o'tkazuvchanlik $\text{Om}^{-1} \cdot \text{sm}^{-1}$ (ba'zan $\text{Sm} \cdot \text{sm}^{-1}$) birlikda ifodalanadi.

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni κ fizik ma'nosi 1 sm^3 eritmaning elektr o'tkazuvchanligi bo'lib, yuzasi 1 sm^2 , elektrodlar orasidagi masofa 1 sm bo'lgan eritma ustunining 1 volt kuchlanish berilgandagi elektr o'tkazuvchanlik $- 1 \text{ V/sm}$ ma'nosini anglatadi.

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlikning qiymati elektrolit va erituvchining tabiati, eritma konsentratsiyasi va xaroratga bog'liq.

Eritmaning konsentratsiyasi ortgan sayin elektr o'tkazuvchanlik avval ortadi, so'ngra maksimumdan o'tgach kamayadi. Elektr o'tkazuvchanlikni bunday o'zgarishining sababi quydagicha tushuntiriladi. Kuchli yoki kuchsiz elektrolit eritmasi konsentratsiyasi ortganda tok o'tkazuvchi zarralar, ionlar, soni ortadi. Shuning uchun eritmaning elektr o'tkazuvchanligi (eritmada o'tayotgan tok kuchi) ortadi. So'ngra eritma konsentratsiyasi ortgan sari uning qovushqoqligi, ionlarni elektrostatik tortishuvi ortadi (ionlar harakatchanligi kamayadi), Natijada konsentratsiya ortgani bilan elektr o'tkazuvchanlik ortmaydi.

Kuchsiz elektrolit eritmasida konsentratsiya ortgan sari elektrolitni dissotsiatsiya darajasi kamayadi bu esa tok o'tkazuvchi zarra-ionlar sonini kamayishi binobarin solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni kamayishiga sabab bo'ladi. Kuchli elektrolit eritma-sini konsentratsiyasi ortganda ion assotsiatlar (ikki, uch va undan ortiq ionlarni biri-kuvi) xosil bo'ladi va bu ham elektr o'tkazuvchanlikni kamayishiga sabab bo'ladi.

Ko'rsatilgan omillar majmuasi elektrolit eritmasi solishtirma elektr o'tkazuvchanligini yuqoridagi tartibda o'zgarishiga sabab bo'ladi.

Harorat ortganda eritma qovushqoqligi kamayishi, ionlar harakatchanligini ortishi, kuchsiz elektrolitlarda esa dissotsiatsiya (elektrolit molekulasini ionlarga ajralish) darajasi ortgani sababli solishtirma elektr o'tkazuvchanlik ortadi. Shuning uchun miqdoriy konduktometrik o'lchov, konduktometrik yacheyka termostatlangan, xolda o'zgarmas xaroratda bajariladi.

Konduktometriyada solishtirma elektr o'tkazuvchanlikdan tashqari *ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ va molyar elektr o'tkazuvchanlik μ ishlatiladi.*

Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlikni fizik mohiyati $- 1 \text{ sm}$ masofada joylashgan bir xil elektrodlar orasida 1 g ekv erigan moddasi bo'lgan bir 1 sm^3 eritmani elektr o'tkazuvchanligidir.

Ekvivalent molyar massaga zaryad soni birga teng bo'lgan zarralarga teng ulush olinadi. Masalan N^+ , Vr^- , $\frac{1}{2}\text{Cu}^{2+}$, $\frac{1}{3}\text{Fe}^{3+}$ va x.z.o.

Shunday qilib, solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ turli konsentratsiyali eritmalar 1 sm^3 hajmining elektr o'tkazuvchanligini tavsiflasa, ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ 1 gramm ekvivalent elektrolitning elektr o'tkazuvchanligini tavsiflaydi eritmaning hajmi turlicha bo'lishi mumkin.

Elektrolit eritmasini konsentratsiyasi kamaygan sari ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik ortib boradi. Cheksiz suyultirilgan elektrolitning ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi maksimal qiymatga ega

bo'lad. Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik solishtirma o'tkazuvchanlik kabi xarorat oshgan sari ortadi.

Ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ bilan quyidagicha (2) bog'langan.

$$\lambda = \frac{1000 \cdot \kappa}{c} \text{ cm}^{-1} \cdot \text{g} \cdot \text{KB}^{-1} \cdot \text{cm}^2 \quad (2)$$

bu erda s-ekvivalent molyar konsentratsiya.

Kol'raushni *ionlarni mustaqil xarakati* qonuniga muvofiq elektrolitning *cheksiz suyultirilgan eritmasidagi* ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik λ_{∞} yoki (λ°) kation va anionlarni chegaraviy hrakatchanliklari (λ°_{+} va λ°_{-}) yig'indisiga teng, ya'ni Cheksiz suyultirilgan eritmadagi ionlar xarakatchanligiga teng.

$$\lambda_{\infty} = \lambda^{\circ}_{+} + \lambda^{\circ}_{-} \quad (3)$$

Muayyan erituvchidagi ionni chegaraviy xarakatchanligi berilgan xaroratda o'zgarmas kattalik bo'lib, mazkur ionning elektrik xarakatchanligini ifodalochi doimiy (ya'ni ayni ionga xos) kattalikdir. 1-jadvalda misol tariqasida ba'zi ionlarni suvli eritmadagi chegaraviy xarakatchanligi keltirilgan.

1-jadval

25^oda, suvli eritmadagi ba'zi ionlarni chegaraviy harakatchanlik λ° qiymatlari

Kation	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$	Anion	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^{-1}$
N ⁺	349,8	ON	198,3
Rb ⁺	77,5	1/4[Fe(CN) ₆] ⁴⁻	111
Cs ⁺	77,2	1/3[Fe(CN) ₆] ³⁻	99,1
NH ₄ ⁺	73,7	1/2CrO ₄ ²⁻	85
K ⁺	73,5	1/2SO ₄ ²⁻	80,8
1/2Pb ²⁺	70	Br ⁻	78,1
1/3Fe ³⁺	68	J ⁻	76,8
1/2Ba ²⁺	61,6	Cl ⁻	76,4
Ag ⁺	62,2	NO ₃	71,5
1/2Ca ²⁺	59,5	1/2CO ₃ ²⁻	69,3
1/2Zn ²⁺	54	1/3PO ₄ ³⁻	69
1/2Fe ²⁺	53,5	ClO ₄	67,3
1/2Mg ²⁺	53	F ⁻	55,4
Na ⁺	50,11	HCO ₃ ⁻	44,5
Li ⁺	38,68	CH ₃ COO ⁻	40,9

2-jadvalda suvli eritmalaridagi ionlarni chegaraviy harakatchanligiga xaroratni, 3-jadvalda erituvchi tabiatini ta'siri ko'rsatilgan.

2-jadval

Suvli eritmalarida ba'zi ionlar chegaraviy harakatchanligi λ° ga xaroratni ta'siri

Ion	$\lambda^{\circ}, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$				
	0	18	25	55	100
H ⁺	225	315	349,8	483,1	630
Li ⁺	19,4	32,8	38,5	68,7	115
Na ⁺	26,5	42,8	50,1	86,8	143
K ⁺	40,7	63,9	73,5	119,2	195
Rb ⁺	43,9	66,5	77,8	124,2	-

Cs ⁺	44	67	77,2	127,6	200
Ag ⁺	33,3	53,5	62,2	-	176
1/2Ca ²⁺	31,2	50,7	59,5	-	180
1/2Ba ²⁺	34	54,6	63,6	-	195
OH ⁻	105	171	198,3	-	450
Cl ⁻	41	66	76,4	126,4	212
Br ⁻	42,6	68	78,1	127,8	-
J ⁻	41,4	66,5	76,8	125,4	-
1/2SO ₄ ²⁻	41	68,4	80	-	260
CH ₃ COO ⁻	20,3	34	40,9	-	130

3-jadval

Turli erituvchilarda ba'zi ionlarning 25°S dagi chegaraviy harakatchanligi

Ion	$\lambda^0, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$				
	Suv	Metanol	Etanol	Atsiton	Nitrobenzol
N ⁺	349,8	143	59,3	88	23
Na ⁺	50,11	45,2	18,7	80,0	17,2
K ⁺	73,5	52,4	22,0	82,0	19,2
Ag ⁺	62,2	50,3	17,5	88	18,6
Cl ⁻	76,4	52,9	24,3	111,0	17,3
Br ⁻	78,1	55,5	25,8	113,0	19,6

Chegaraviy konsentratsiyadagi ionlar xarakatchanligi λ doimiy qiymat bo'lmay eritma konsentratsiyasiga (5-jadval) bog'liq, konsentratsiya ortgan sari ionlar xarakatchanligi kamaya boradi.

4-jadval

Eritmalarni turli konsentratsiyalari (s)da ionlar harakatchanligining λ qiymatlari

s, mol/dm ²	$\lambda^0, \text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$						
	H ⁺	Li ⁺	Na ⁺	K ⁺	OH ⁻	Cl ⁻	F ⁻
0,001	314,2	32,5	42,3	63,1	171	65,0	45,5
0,01	307,0	30,1	40,0	60,4	167	61,5	43,2
0,1	294,4	27,5	35,4	55,4	157	55,5	38,0

Elektrolit eritmasini molyar elektr o'tkazuvchanligi μ uni ekvivalent elektr o'tkazuvchanligi kabi hisoblanadi.

$$\mu = \frac{100\kappa}{c} \quad (4)$$

bu erda s – eritmadagi elektrolitning molyar konsentratsiyasi. Molyar elektr o'tkazuvchanlikni birligi ekvivalent elektr o'tkazuvchanligining birligi kabi $\text{Om} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{sm}^2$.

Miqdoriy konduktometrik tahlil elektr o'tkazuvchanlikni konsentratsiyaga bog'lanishini ifodalovchi (2) va (4) tenglamalarga asoslangan.

Konduktometrik tahlilda vositasiz konduktometriya va konduktometrik titrlash usullari qo'llanadi.

Vositasiz konduktometriya

Vositasiz konduktometriya tahlil etiluvchi eritma konsentratsiyasi eritmani solishtirma elektr o'tkazuvchanligini o'lchab aniqlanadi. O'lchangan natijalar hisoblash yoki darajalash chizmasi usullarida ishlab chiqiladi.



Hisoblash usuli (2) tenglama asosida eritmadagi elektrolit ekvivalent molyar konsentratsiyasi solishtirma elektr o'tkazuvchanlik κ va ekvivalent elektr o'tkazuvchanlik orqali hisoblanadi.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda} \quad (5)$$

Solishtirma elektr o'tkazuvchanlik termastatlangan konduktometrik yacheyka elektr qarshiligini o'lchab aniqlanadi.

Eritmani ekvivalent elektro'tkazuvchanligi λ kation λ_+ va anion λ_- lar harakatchanliklari yig'indisiga teng.

$$\lambda = \lambda_+ + \lambda_-$$

Kation va anionlar harakatchanliklari ma'lum bo'lsa konsentratsiyani (6) formuladan hisoblash mumkin.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda_+ + \lambda_-} \quad (6)$$

Suvda oz eruvchan elektrolitlar (kalsiy, bariy sulfatlari, kumush galogenidlari va boshqalar) to'yingan eritmasining konsentratsiyasi vositasiz konduktometriya usulida shunday hisoblanadi.

Misol tariqasida kumush xloridni AgCl suvdagi eruvchanligi ya'ni to'yingan eritmasi konsentratsiyasini 25°S vositasiz konduktometrik aniqlashni ko'rib chiqamiz. (6) tenglamaga asosan.

$$c = \frac{1000 \cdot \kappa}{\lambda(\text{Ag}^+) + \lambda(\text{Cl}^-)}$$

Kumush xlorid suvdagi eritmasining solishtirma elektr o'tkazuvchanligi κ kumush xlorid tahlil etilgan eritmasining κ_i qiymatdan toza suvning $\kappa(\text{N}_2\text{O})$ solishtirma elektr o'tkazuvchanlik qiymatining ayirmasiga teng.

$$\kappa = \kappa_i - \kappa(\text{N}_2\text{O})$$

Kumush xloridni suvdagi eruvchanligi juda oz bo'lgani sababli undagi kumush kationi va xlorid anioni harakatchanliklarini chegaraviy suyultirgan eritmadagi harakatchanlik ya'ni $\lambda^+(\text{Ag}^+) = \lambda^0(\text{Ag}^+) = 62,2$, $\lambda(\text{Cl}^-) = \lambda^0(\text{Cl}^-) = 76,4$. (1- jadvalga qarang) teng deb qabul qilish mumkin.

$$c = \frac{1000[\kappa_i - \kappa(\text{H}_2\text{O})]}{62,2 + 76,4} \quad (6')$$

Darajalash chizma usuli. Xar birida aniqlanuvchi modda konsentratsiyasi aniq bo'lgan qator etalon eritmalar tayyorlanadi va termostatlangan konduktometrik yacheykada ularni solishtirma elektr o'tkazuvchanligi o'lchanadi. Olingan natijalar asosida absissa o'qiga etalon eritmalar konsentratsiyalari ordinataga – solishtirma elektro'tkazuvchanlik qiymatlarini qo'yib darajalash chizmasi chiziladi. (6) tenglamaga muvofiq solishtirma elektr o'tkazuvchanlikni o'zgarishi konsentratsiyalarni tor oralig'ida odatda to'g'ri chiziqli ko'rinishda bo'ladi. (6) tenglamadagi kation va anionlar, harakatchanligi sezilarli darajada o'zgarib ketadigan konsentratsiyalar oralig'ida to'g'ri chiziqli bog'lanishdan chetlanish kuzatiladi.

So'ngra aynan o'sha sharoitda noma'lum konsentratsiyalik s_x tahlil etiluvchi eritmadagi elektrolitni solishtirma elektro'tkazuvchanligi $\kappa(x)$ o'lchanadi va darajalash chizmasidan $\kappa(x)$ ga tegishli $s(x)$

qiymati topiladi. Masalan, bariyli suvdagi (bariy gidroksidni to'yingan eritmasi) bariyni miqdori aynan shu usulda aniqlangan.

Vositasiz konduktometriyani qo'llanishi. Vositasiz konduktometriya usuli sodda, juda sezgir ($\sim 10^{-4} \text{ mol/dm}^3$), xatolik nisbatan kam $\pm 2\%$ gacha. Ammo bu usul selektivligi kam. Vositasiz konduktometriya tahlilda kam qo'llanadi. Bu usul oz eruvchan elektrolitlar eruvchanligini, distillangan suv va ozuqa mahsulotlar (sut, ichimliklar va boshqalar) sifat nazoratida, mineral, dengiz suvidagi tuzlarni umumiy miqdorini aniqlashda ishlatiladi.

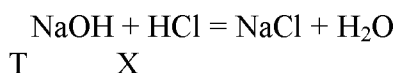
Konduktometrik titrlash

Konduktometrik titrlash konduktometrik yacheykadagi ikkita inert (odatda platina) elektrodlar orasidagi tahlil etiluvchi eritmani elektr o'tkazuvchanligini, titrlash jarayonida, o'zgarishini o'lchab bajariladi. Olingan natijalar asosida titrlanuvchi eritma elektr o'tkazuvchanligini qo'shilgan titrant hajmidan (bog'lovchi) bog'liqlik konduktometrik titrlash egrisi chiziladi. Titrlashni so'ngi nuqtasi, aksariyat xollarda, titrlash egrisini ikki (2-rasmida qo'rsatilgan) qismi ekstrapolyasiya chiziqlarini kesishgan nuqtasidan topiladi. Shu sababdan EN yaqinida rangini o'zgartiruvchi indikator qo'llash extiyoji yo'q.

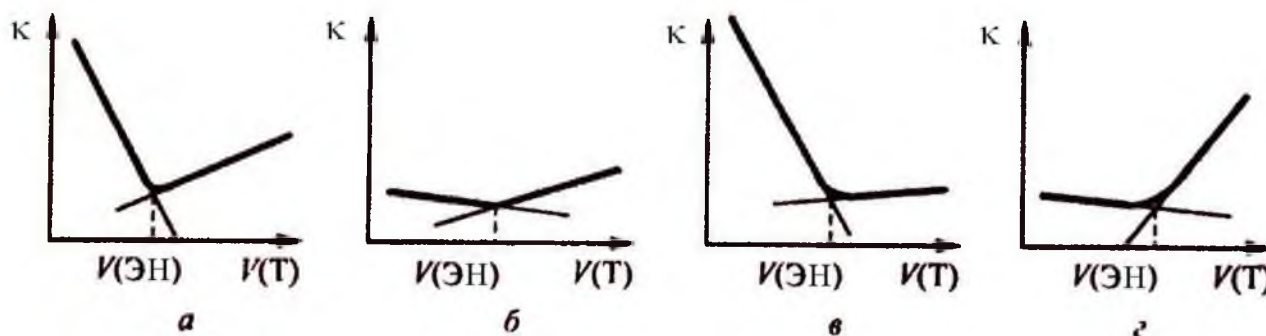
Konduktometrik titrlashni turli: kislota-asos, kompleks xosil bo'lish reaksiyalariga qo'llash mumkin.

Reaksiyaga kirishayotgan yoki reaksiya natijasida xosil bo'layotgan ionlarning xiliga ko'ra konduktometrik titrlash egrilari turli ko'rinishda bo'ladi.

2-rasmida konduktometrik titrlash egrilarini ba'zi turlari sxematik tasvirlangan. 2 rasmdagi (a) xolatda kuchli kislota kuchli asos (ishqor) bilan masalan xlorid kislota natriy gidroksid bilan titrlash tasvirlangan.



Ion ko'rinishida



2-rasm. Konduktometrik titrlashni ba'zi turlarini sxematik tasviri κ -solishtirma elektr o'tkazuvchanlik, $V(T)$ qo'shilgan titrant hajmi.

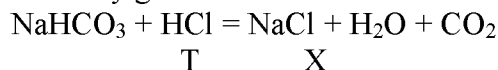
- a) kuchli kislota eritmasini ishqor eritmasi bilan titrlash
- b) titrlanuvchi modda va titrant ionlarini elektr o'tkazuvchanligi kichik,
- v) kuchli kislota natriy gidrokarbonat eritmasi bilan titrlash:
- g) titrlanuvchi modda ionlari elektrik harakatchanligi kichik, titrant ionlari katta harakatchanlikga ega.

Kislota titrlangan sari titrlanuvchi eritma elektro'tkazuvchanligi keskin kamayadi chunki eritmadagi harakatchanligi yuqori bo'lgan vodorod ionlari H^+ sarflanib (suvga aylanib) kamaya boradi. ENdan keyin, titrlanuvchi eritmada harakatchanligi vodorod ionlaridan kamroq bo'lsa-da, yetarli xarakatchan gidroksil ionlari ortaborgan sari eritmada elektr o'tkazuvchanlik ortaboradi.

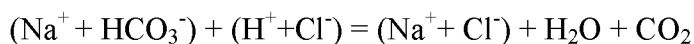
Titrlash egrisidagi bukilish nuqtasi noaniq bo'lganda ENga tegishli titrant hajmi-ni 2-rasmda ko'rsatilgandek ikkita urinma to'g'ri chiziqlarining kesishgan niqtasini absissa o'qiga to'g'ri kelgan qiymatidan topiladi. Tasvirda vertikal punktir chiziq bilan ko'rsatilgan.

2-rasmdagi (b) egrilik titrant va titrlanuvchi modda ionlarini teng va kichik harakatchanlikga ega bo'lgan xolatiga mansub.

2-rasmdagi (v) egrilik kuchli kislota eritmasi ionlarini harakatchanligi kichik bo'lgan titrant bilan titrlashga, masalan xlorid kislotani natriy gidrokarbonat eritmasi bilan titrlashga mansub.

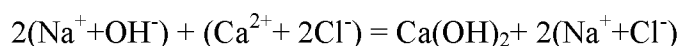
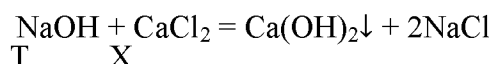


Ion holida



Titrlash jarayonida xarakatchanligi katta bo'lgan vodorod H^+ ionlari neytrallanadi, Shuning uchun ENda eritmani elektr o'tkazuvchanligi keskin kamayadi ENdan keyin eritmani elektr o'tkazuvchanligi ortiqcha qo'shilgan titrant (NaHCO_3) hisobiga bir oz ortaboradi.

10.2 rasmdagi (g) egrilik ionlar harakatchanligi kichik modda eritmasini ionlar harakatchanligi katta moddaning eritmasi bilan titrlashga mansub. Masalan kalsiy xlorid eritmasini ishqor eritmasi bilan titrlash.



EN-gacha sarflanayotgan kalsiy ionlarini o'rniga natriy kationi paydo bo'layotgani sababli titrlanuvchi eritmaning elektr o'tkazuvchanligi kam o'zgarmoqda. ENdan keyin, eritmada harakatchanligi katta gidroksil ionlarini ortib borishi hisobiga eritmani elektr o'tkazuvchanligi orta bormoqda.

Konduktometrik titrlashni qo'llanishi. Konduktometrik titrlash usuli quyidagi qator afzalliklarga ega. Titrlashni, rangli, loyqa, tiniq bo'lmagan muhitlarda ham bajarish mumkin. Mazkur usulning sezgirliigi $\sim 10^{-4}$ mol/dm³ yetarli darajada yuqori xatoligi 0,1dan 2%gacha. Tahlilni avtomatlashtirishi mumkin. Ammo selektivligi kichik-bu esa usulni kamchiligi hisoblanadi.

Yuqori chastotali (radiochastotali) konduktometrik titrlash haqida tushuncha. Titrlash jarayoni, o'zgaruvchan tok chastotasi sekundiga million tebranishni tashkil etadigan, takomillashgan o'zgaruvchi tokli konduktometrik uskuna vositasida bajariladi. Odatda elektrodlar elektrolit quyilgan idish - konduktometrik yacheykani tashqi tomoniga o'rnatiladi va elektrodlar titrlanuvchi eritmaga tutashmaydi.

O'lchangan natijalar asosida konduktometrik titrlash eg'risi chiziladi. Titrlashni so'nggi nuqtasi yuqoridagi kabi titrlash egrisini bukilgan, joyidagi chiziklarni (ekstrapolyasiya) davom ettirib ular kesishgan nuqtasining absissa o'kidagi qiymatidan topiladi.

Asbobning umumiy tuzilishi bilan tanishish va ish jarayoniga tayyorlash

O'tkazuvchanlikni aniqlash uchun keng diapazon qo'llaniladigan Stol usti turli laboratoriya konduktometri.



SanXin DDS-11C laboratoriya konduktometri tasvirlanishi
laboratoriya konduktometri tasvirlanishi:

- O'rnatilgan zamonaviy mikroprotsessor, avtomatik kalibrlash, avtomatik temperatura qoplash almashinuvi funktsiyasi (haroratni avtomatik qoplash), sinov qurilmasining xotirasida ma'lumotlarni saqlash funktsiyasi, sozlash va h.k.

●Elektr o'tkazuvchanligini o'lchash uchun samarali va asl texnologiyadan foydalanish, doimiy $K = 1$ bo'lgan elektrod, bir nuqtali kalibrlashdan foydalanishda $0,5\mu S / sm \sim 200 ms / sm$ oralig'idagi aniqlik talablariga javob beradi.

●8 turdagi standart kalibrlash eritmalarini avtomatik ravishda aniqlash. Foydalanuvchi ikkita seriyadan birini tanlashi mumkin: Evropa / AQSh seriyasi va Xitoy.

●Avtomatik ravishda aniqlash funksiyasida elektrod bilan jixozlangan, tez va aniq o'lchovlar.

SanXin DDS-11C laboratoriya o'tkazgichining texnik xususiyatlari:

- Elektroʻtkazuvchanlik oʻlchash diapazoni: 0 - 200 000 mkSm/sm (0 - 199.9 mkSm; 200 - 1999 mkSm; 2.00 - 19.99 mSm; 20.0 - 199.9 mSm)
- Boʻlinmaning narxi: 0.1/1 mkSm/sm; 0.01/0.1 mSm/sm
- Xatolik: $\pm 1.5\%$ toʻliq shkala
- Avtokompensatsiya: $0^{\circ}C - 50^{\circ}C$ (avtomatik yoki qoʻlda)
- Elektrod konstantasi: $0.1 / 1 / 10 \text{ cm}^{-1}$
- Avtokalibrlash: 4 nuqtadan tanlab olib
- Tester xotirasi: 50 guruh (elektroʻtkazuvchanlik va xarorat)
- Quvvat adaptori: 9V DC (Komplektda adaptori tarmogʻi)
- Oʻlchovlari (mm): 160 x 190 x 70
- Elektrod diametri: 9,5 mm
- Ogʻirlik (gramm) : 750
- Sertifikat ISO9001:2008, SE va SMT (CE i CMC)
- Qoʻllash temperaturasi: temperatura $5 \sim 35^{\circ}C$ (0.01), nisbiy namlik $\leq 85\%$

Komplektda etkazib berish: 2301-F turli platina elektrodi (konstanta $K=1$, funksiya ATC, plastikovyy korpus), 1413mkSm/sm (hajmi 50ml), kalibrlash eritmasi, 9V DC quvvat adaptori, elektroda ushlagich (model 600).



**« BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN *. BILIB OLDIM»
TRENINGI**

“BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi boʻyicha yakka tartibda mavzuni oʻzlashtirish jarayonida quyidagi jadvalni toʻldiring*:

MAVZUNING AHAMIYATI		
BILAMAN	BILISHNI XOHLAYMAN	BILIB OLDIM

* “BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treynningi muayyan mavzular bo'yicha olgan bilim darajasini baholashga yordam beradi. Usuldan foydalanish quyidagi bosqichlarda amlaga oshiriladi: olgan bilimi bo'yicha tushunchaga egalik darajasi aniqlanadi; mavzu bo'yicha bilimlarni boyitishga bo'lgan ehtiyoji o'rganiladi; talaba olgan bilimi bo'yicha o'z fikr-mulohazalarini bildiradi va o'zi xulosa chiqaradi.

5-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. REFRAKTOMETRIK USULDA DORI VOSITASINI TAHLIL QILISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Refraktometrik usul bilan bajariladigan tahlil bosqichlari
2. Ikki komponentli dori turi tarkibidagi aminokapron kislota miqdorini refraktometrik usul yordamida aniqlash
3. Uch komponentli dori turi tarkibidagi glyukoza miqdorini aniqlash

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarni dori vositalarini refraktometrik tahlil usulining nazariy asoslarini amaliyotda ko'rsatish, bunda ishlatiladigan moslama bilan tanishtirish, shu moslamani ishga tayyorlash bosqichlari bilan tanishtirish va aniqlashga o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Suv bug'i yordamida haydash apparatini yig'ish;
- Biologik ob'ektni suv bug'i yordamida haydash uchun tayyorlashadi;
- “Uchuvchi” zaharli moddlarni suv bug'i yordamida haydash olishni, kimyoviy, farmakologik va fizik-kimyoviy usullarda tahlil qilishni o'rganadilar;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, Suv bugi yordamida xaydash apparati, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Refraktometrik usul

Refraktometrik usul eritmalarning nur sindirish ko'rsatkichini aniqlashga asoslangan. Nur sindirish ko'rsatkichi turlicha tizimdagi refraktometrlar yordamida 20°S haroratda, natriy spektriga mos to'lqin uzunligida ($=589,3\text{ nm}$) aniqlanadi.

Zamonaviy refraktometrlar oddiy yorug'lik (ko'zga ko'rinadigan nur, $=400-800\text{ nm}$) da o'lchanganda ham D natriy spektriga mos bo'lgan nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash imkonini beradi. Normal sharoitda aniqlangan nur sindirish ko'rsatkichi - bilan belgilanadi.

Refraktometrik usul bilan bajariladigan tahlil quyidagi bosqichlardan iborat:

1. Refraktometrni sozlash
2. Tekshiriluvchi eritmaning nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash va uni, agar lozim bo'lsa, normal haroratga o'tkazish
3. Hisoblash formulasi yoki refraktometrik jadvaldan foydalanib, aniqlanuvchi moddaning foiz yoki gramm miqdorini hisoblash.

Refraktometr tozalangan suv yordamida sozlanib, buning uchun kamida besh marotaba nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi va tozalangan suvning aniqlangan nur sindirish ko'rsatkichlari bilan

solishtirilganda farq (Δn_D^{20}) $0,0002$ dan ortiq bo'lmasligi kerak.

Tekshiriluvchi eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanib, lozim bo'lsa normal haroratga

o'tkaziladi. Eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi $n = n_0 + CF$ formula bilan ifodalangan uchun, eritmaning konsentratsiyasi

$$C = \frac{n - n_0}{F}$$

formula bilan hisoblanadi.

C - eritmaning foiz konsentratsiyasi;

n - eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 - erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

F - refraktometrik omil bo'lib, eritma konsentratsiyasi 1% ga o'zgarganda nur sindirish ko'rsatkichi qanchaga o'zgarishini ko'rsatadigan kattalik.

Aniqlanuvchi eritma bir nechta moddalardan iborat bo'lsa, nur sindirish ko'rsatkichi erituvchining va eritmadagi moddalar nur sindirish ko'rsatkichlari yig'indisidan iborat bo'ladi

$$n = n_0 + n_1 + n_2 + \dots + n_i \text{ yoki } n = n_0 + C_1 F_1 + C_2 F_2 + \dots + C_i F_i$$

Bir necha moddalardan iborat bo'lgan eritmadagi moddalardan birining konsentratsiyasi quyidagi hisoblash formulasi yordamida aniqlanadi:

$$C_1 = \frac{n - (n_0 + C_2 F_2 + \dots + C_i F_i)}{F_1},$$

n - murakkab tarkibli eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 - erituvchining nur sindirish ko'rsatkichi;

S_1, S_2, S_i - eritmadagi moddalarning foiz konsentratsiyasi;

F_1, F_2, F_i - refraktometrik omillar

Nur sindirish ko'rsatkichining qiymati asosida, aniqlanuvchi modda konsentratsiyasini refraktometrik jadvaldan foydalanib aniqlash ham mumkin. Bunda ko'pincha jadval qiymatlarini interpolyatsiyalashga to'g'ri keladi.

Refraktometrik jadvalni interpolyatsiyalash, nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi qiymatiga mos kelgan konsentratsiyadagi farqni refraktometrik jadval ma'lumotlari asosida topib, so'ng eritma konsentratsiyasini hisoblashdan iborat.

Masalan: 10% li glukoza eritmasining nur sindirish ko'rsatkichi $n_D^{20} = 1,3474$ ga teng.

Refraktometrik jadvalda quyidagi qiymatlar berilgan:

N	C%
1,3470	9,80
1,3480	10,10
$n=0,001$	$C=0,3$

ur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos konsentratsiya quyidagi formuladan topiladi:

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0004 \cdot 0,3}{0,001} = 0,12\%$$

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0004 \cdot 0,3}{0,001} = 0,12\%$$

formulada:

b - nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasiga mos kelgan konsentratsiya

a - nur sindirish ko'rsatkichining butundan keyingi to'rtinchi xonasi qiymati

ΔC - refraktometrik jadvaldan olingan konsentratsiyadagi farq

Eritmaning konsentratsiyasi esa quyidagicha hisoblanadi:

$$X\% = S + b = 9,80 + 0,12 = 9,92\%$$

Interpolyatsiyalashni yuqorida berilgan qiymatlar asosida ushbu usul bilan ham bajarish mumkin.

$$1,3480 - 1,3474 = 0,0006$$

bunda 1,3480-refraktometrik jadvaldan olingan nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymati

1,3474-nur sindirish ko'rsatkichining aniqlangan qiymati farq $X\% = S - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$

S - nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymatiga mos konsentratsiya.

Ed moddaning ma'lum konsentratsiyaga mos keladigan refraktometrik omilini, uning dastlabki refraktometrik omili asosida $F = F_0 k C$ formula yordamida hisoblash mumkin.

F_0 - moddaning 1% li eritmasiga mos kelgan refraktometrik omili

k - tuzatish koeffitsientia S - eritma konsentratsiyasiga ushbu usul bilan ham bajarish mumkin.

$$1,3480 - 1,3474 = 0,0006$$

bunda

1,3480-refraktometrik jadvaldan olingan nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymati

1,3474-nur sindirish ko'rsatkichining aniqlangan qiymati

$$b = \frac{a \cdot \Delta C}{0,001} = \frac{0,0006 \cdot 0,3}{0,001} = 0,18\%$$

$$X\% = S - b = 10,10 - 0,18 = 9,92\%$$

S - nur sindirish ko'rsatkichining yuqori qiymatiga mos konsentratsiya.

Moddaning ma'lum konsentratsiyaga mos keladigan refraktometrik omilini, uning dastlabki refraktometrik omili asosida $F = F_0 k C$ formula yordamida hisoblash mumkin.

F_0 - moddaning 1% li eritmasiga mos kelgan refraktometrik omili

k - tuzatish koeffitsienti

S - eritma konsentratsiyasi

Glukozaning 5,10,25,40% li in'eksion eritmalaridagi

miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

Eritma 30 minut davomida stakandagi harorati 20^0S bo'lgan suvga solib qo'yiladi va refraktometr orqali 30 minut davomida harorati 20^0S bo'lgan suv o'tkaziladi. Refraktometr prizmasiga harorati 20^0S bo'lgan bir necha tomchi suv tomizilib, nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi. Prizma tibbiyot binti bilan quruq holga kelguniga qadar artilib, bir necha tomchi tekshiriluvchi eritma tomizib 3-4 marta nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanadi va hisoblash uchun o'rtacha qiymat olinadi (rasm 15).

Ikki komponentli dori turi tarkibidagi aminokapron kislota miqdorini refraktometrik usul yordamida aniqlash

Tarkib: Aminokapron kislota eritmasi 5% - 1000 ml

Natriy xlorid - 9,0

Aniqlash tartibi: Natriy xlorid. Bromfenol ko'ki ishtirokida kumush nitratning titrlangan eritmasi bilan titrlash orqali (Fayans usuli) yoki merkurimetrik usul bilan aniqlanadi.

Aminokapron kislota. In'eksion suv va eritmaning nur sindirish ko'rsatkichlari aniqlangach, aminokapron kislota miqdori quyidagi formula orqali hisoblanadi:

$$x = \frac{n - (n_0 + C_1 F_1)}{F_2};$$

n - eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi;

n_0 - suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

S_1 - eritmadagi natriy xloridning foiz miqdori;

F_1 - natriy xloridning refraktometrik omili;

F_2 - aminokapron kislota miqdori refraktometrik omili.

Uch komponentli dori turi tarkibidagi

glukoza miqdorini aniqlash

Tarkib: Askorbin kislota - 0,05
Nikotin kislota - 0,01
glukoza - 0,25

Aniqlash tartibi. Askorbin kislota va nikotin kislota

Bitta kukun massasi 5 ml suvda eritilib, 2 ml eritma o'lchab olinadi, undagi askorbin kislota va nikotin kislota yig'indisi 0,1 mol/l natriy gidroksid eritmasi bilan titrlash orqali aniqlanadi (indikator - fenolftalein).

Titrlangan eritma tarkibidagi askorbin kislota miqdori 0,1 mol/l yod bilan sariq ranggacha titrlash orqali aniqlanadi.

glukoza. Tekshiriluvchi eritma va suvning nur sindirish ko'rsatkichi aniqlanib, glukozaning miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$X = \frac{n - (n_0 + C_1 F_1 + C_2 F_2) \cdot V \cdot P \cdot 100}{a \cdot F \cdot 100 \cdot (100 - \beta)};$$

formulada:

n - eritmaning nur sindirish ko'rsatkichi

n_0 - suvning nur sindirish ko'rsatkichi;

F_1 - askorbin kislota refraktometrik omili;

F_2 - nikotin kislota refraktometrik omili;

V - tayyorlangan eritmaning ml dagi hajmi;

P - dori turining grammlardagi massasi (tarkibi bo'yicha);

F - glukozaning nur sindirish ko'rsatkichi;

a - eritma tayyorlash uchun tortib olingan dori turining massasi;

β - glukoza tarkibidagi suvning foiz miqdori.

Tozalangan suv nur sindirish ko'rsatkichining haroratga bog'liqligi jadvali

$t^0, ^\circ\text{C}$	n_D^t	$t^0, ^\circ\text{C}$	n_D^t
15	1,33339	28	1,33217
16	1,33331	29	1,33206
17	1,33324	30	1,33194
18	1,33316	31	1,33182
19	1,33307	32	1,33170
20	1,33299	33	1,33157
21	1,33290	34	1,33144
22	1,33280	35	1,33131
23	1,33271	36	1,33117
24	1,33261	37	1,33104
25	1,33250	38	1,33090
26	1,33240	39	1,33075
27	1,33229	40	1,33061

2-KEYS. Ikki komponentli dori turi tarkibidagi aminokapron kislota miqdorini refraktometrik usul yordamida aniqlang.

Muammo turi	Kelib chiqish sabablari	Hal etish yo'llari

Olingan bilimlarni tekshirish uchun savollar

1. Nur sindirish ko'rsatkichi nima maqsadda aniqlanadi?
2. Nur sindirish ko'rsatkichining fizikaviy ma'nosi nima?
3. Nur sindirish ko'rsatkichi qanday omillarga bog'liq?
4. Nur sindirish ko'rsatkichining haroratga bog'liqlik formulasini yozing.
5. Refraktometrlarning turlari va ularning tuzilishini tushuntiring.
6. Refraktometrlar qanday kalibrlanadi? Misollar keltiring.

6- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. POLYARIMETRIK USULDA DORI VOSITASINING QUTBLANGAN NURNI BURISH BURCHAGINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotni olib borish 4 soatga rejalashtirilgan.

Mashg'ulotning maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni polyarimetrik tahlil usullari va unda qo'llaniladigan polyarimetrlarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari bilan tanishtirish. Tekshiriluvchi qutblangan nurni burish burchagini aniqlash. (mentolning spirtli eritmasi, glyukoza va saxaroza eritmaları misolida).

Maqsadga yo'naltiruvchi vazifalar: talabalarni polyarimetriya usuli va polyarimetrda ishlash qoidalarini bilan tanishtirish.

A) Polyarimetr P 161 asbobining tuzilishi bilan tanishtirish.

B) Tekshiriluvchi eritmani kyuvetaga quyish.

V) Tekshiriluvchi eritmaning qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.

G) Olingan natijalar asosida dori modda konsentrasiyasini aniqlash.

Dars o'tish vositalari va ulardan foydalanish usullari: Fanni o'rganishda kompyuter vositalari, standart dasturlar, ko'rgazmali qo'llanmalar va internet materiallari hamda zamonaviy pedagogik texnologiyalar, ya'ni interaktiv usullari qo'llaniladi.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, Suv bugi yordamida xaydash apparati, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona.

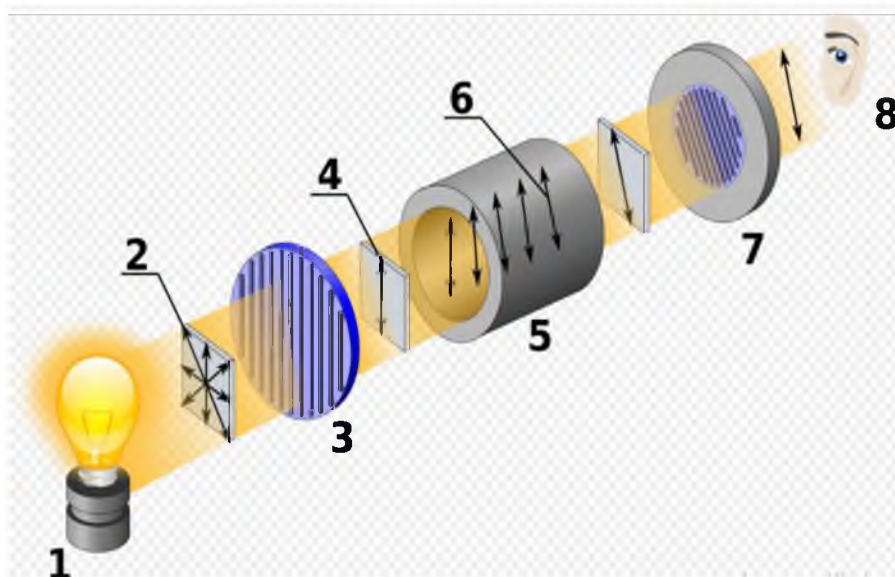
Yassi qutblangan nur samoda oddiy nurga qaraganda tartiblangan bo'ladi. Yassi qutblangan nurning doimiy qutblangan sirti bo'ladi. Ayrim moddalar ulardan o'tayotgan nurning qutblanish tekisligini o'zaro ta'sir natijasida burish xossasiga ega. Bunday moddalar optik faol moddalar deyiladi. Tabiiy yorug'likdan qutblangan nurni ajralish jarayoni polarizatsiya deyiladi. Bu jarayonni imkonini beruvchi asbob polarizator deyiladi.

Polarizator bundan tashqari qutblangan nurni analiz qilish imkonini ham beradi. Bunday holda u analizator deb yuritiladi.

Agar tabiiy yorug'lik polarizatorga tushsa undan o'tgan yassi polarlangan nur intensivligi unga tushgan nur intensivligining yarmiga teng bo'ladi.

Polyarimetrik usul — moddalarning undan o'tayotgan qutblangan nur sathini ma'lum bir

burchakka burishiga asoslangan.



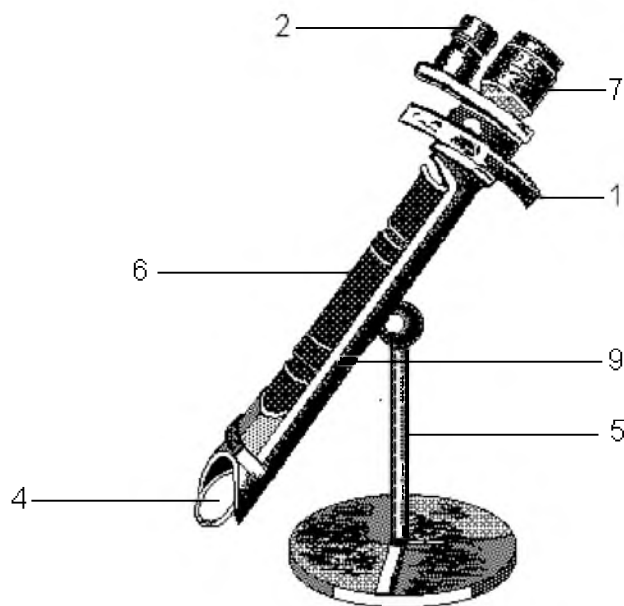
1 — nur manbai, 2 — qutblanmagan nur, 3 — polyarizator, 4 — qutblangan nur, 5 — modda eritmasi solingan kyuveta, 6 — 30° ga optik burilish, 7 — analizator, 8 — kuzatuvchi

Portativ P-161 pribori optik faol tiniq eritmalar va suyuqliklarning qutblangan nur tekisligini burish burchagini aniqlashga mo'ljallangan.

Priborning xatoligi $0,1^\circ$

Burish burchagini o'lchash chegarasi $\pm 20^\circ$.

Portativ P-161 polyarimetrida uch qismga bo'lingan ko'rish maydoni ravshanligini tenglashtirish prinsipi qo'llaniladi. Ko'rish maydonini uch qismga bo'lish optik tizimga kvars plastinka kiritish orqali amalga oshirilgan bo'lib, u ko'rish maydonining o'rta qismini egallagan. Nur to'liqini yo'nalishi kvars plastinkaning optik o'qiga mos keladi. Ko'rish maydonlarini tenglashtirish ular to'liq qorong'ulashganda sodir bo'lib, bu polyarizator va analizatorning to'liq kesishishiga mos keladi ($83-85^\circ$).



Portativ P-161 polyarimetri.

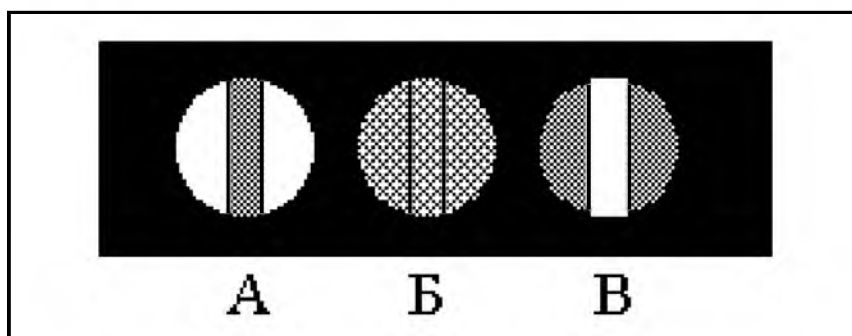
1. Analizator boshi (1) hisoblash lupasi (2) va kolonka (9).

2. Ko'zguli polyarizatsiya qurilmasi (4).

3. SHtativ (5).

4. Eritmalar uchun Kyuveta (6). Kyuveta uzunligi 95,04 mm.

Yorug'lik nuri ko'zgu yordamida polarizatorga yo'naltiriladi. Zarg'aldoq rangli svetofiltr va polarizatoridan o'tgan yorug'lik nurining o'rta qismi kvarts plastinka orqali analizatorga tushadi. Ikki chetki qismi esa to'g'ridan to'g'ri analizatorga tushadi.



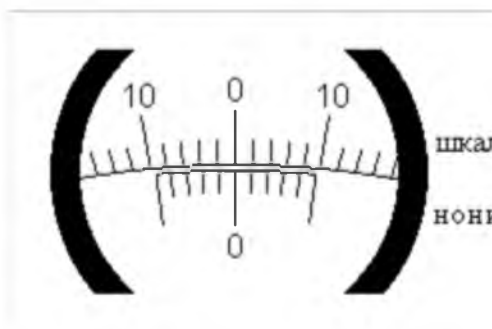
Uchchala ko'rish maydonini birlashtirish ya'ni **B** holatga keltirish analizatorni burash orqali amalga oshiriladi. Bu paytda asbob 0 nuqtaga keltirilgan hisoblanadi. Bu jarayon uch marta takrorlanadi. Agar polarizator va analizator o'rtasiga tekshiriluvchi optik faol eritma solingan kyuveta joylashtirilsa, ko'rish maydonlarining bir xilligi o'zgaradi ya'ni fotometrik tenglik buziladi. Uni analizatorni eritmaning qutblangan nurni burish burchagiga teng bo'lgan burchakka aylantirish orqali tiklash mumkin. Buning uchun asbob yana analizator boshchasini burash orqali **B** holatga keltiriladi.

Analizator boshchasi Qimirlamaydigan gradusli shkaladan va birgalikda qimirlaydigan qismlar: nonius, analizator, ko'rish trubkasi va hisoblash lupasidan iborat.

Ko'rish trubkasi uchta ko'rish maydonini kuzatish uchun xizmat qiladi va ob'ektiv hamda okulyardan iborat. Mufta 7ni aylantirish bilan okulyar orqali kuzatilayotgan ko'rish maydonlarining ravshanligi o'zgartiriladi.

Polyarizatsion qurilma polarizator (Ikki himoya oynasi orasiga elimlangan polarizatsion plyonka), zarg'aldoq svetofiltr va polarizatorning markaziga simmetrik o'rnatilgan kvarts plastinkadan iborat.

Analizator ikki himoya oynasi orasiga elimlangan polarizatsion plyonkadan iborat bo'lib, opravaga qotirilgan bo'ladi.



Polyarimetрни ishga tayyorlash

Yorug'likni ko'zgu orqali priborga yo'naltiriladi. Okulyar orqali fotometrik maydon kuzatiladi. Analizatorni aylantirish orqali fotometrik tenglikka erishish lozim. Buning uchun uchchala ko'rish maydoni chegarasi ajralmasligi ya'ni bir xil qorong'ulikda bo'lishi lozim.

Priborni 0 holatga keltiriladi. Bu ish kyuvetasiz amalga oshiriladi. Buning uchun avval okulyarni aylantirish orqali ko'rish maydonini uch qismga bo'linishiga erishish lozim. So'ng analizatorni

aylantirish orqali uchchala ko‘rish maydonining bir xil qorong‘ulashishiga erishish lozim. Bu holatni 5marta takrorlash lozim. Har safar nonius orqali hisoblash amalga oshiriladi. Beshta o‘lchash orqali o‘rtacha qiymat olinadi. Bu qiymat priborning 0 nuqtasi hisoblanadi. Agar 0 nuqtaga keltirilganda nonius limbasi shkala bo‘ylab soat strelkasi yo‘nalishi bo‘yicha burilsa (+) bilan, agar soat strelkasiga qarama qarshi yo‘nalishda burilsa (-) belgi bilan ifodalanadi.



Kyuvetaga tekshiriluvchi eritma shunday to‘ldirilishi kerakki unda havo pufaklari bo‘lmasligi lozim. Portativ P-161 pribori aniq o‘lchov asbobi bo‘lganligi uchun u bilan ishlash jarayonida ehtiyot bo‘lib ishlash lozim. Ishni boshlashdan oldin tashqi optik detallarni yumshoq salfetka bilan artish lozim.

Polyarimetrdan o‘lchashni amalga oshirish

Burish burchagini aniqlash uchun tekshiriluvchi eritma solingan kyuvetani priborning biriktiruvchi naychasiga joylanadi va okulyar orqali ko‘rish maydonlari aniq farqlanadigan holatga keltiriladi, so‘ng analizatorni aylantirish orqali barcha ko‘rish maydonlari bir xil qorong‘ulashgan holatga keltiriladi va burish burchagini hisoblash quyidagicha amalga oshiriladi: Dastlab noniusning nol nuqtasi limbaning qaysi holatida turganligi kuzatiladi. So‘ng noniusning nol nuqtasidan noniusning shtrixigacha nechta bo‘linma borligi hisoblanadi va $0,1^\circ$ ga ko‘paytiriladi. Limba bo‘yicha olingan gradus qiymatiga nonius bo‘yicha hisoblangan gradus qiymati qo‘shiladi.

Masalan : Dastlabki holat $+0,3^\circ$ (o‘ngga), oxirgi holat $+3,3^\circ$ (o‘ngga). Bu holatda burish burchagi $+3,3^\circ - 0,3^\circ = 3^\circ$. Agar dastlabki holat $0,3^\circ$ (chapga), burish burchagi $3,3^\circ + 0,3^\circ = 3,6^\circ$ bo‘ladi.

Optik faol moddalar tabiatiga ko‘ra qutblangan nur sathi burilishi bir xil yo‘nalishda va kattalikda bo‘ladi. Agarda qutblangan nur sathi soat strelkasi bo‘yicha burilsa, modda o‘ngga buruvchi bo‘lib va “+” ishorasi bilan, soat strelkasiga teskari tomonga burilsa, u holda modda chapga buruvchi bo‘ladi va “-” ishorasi bilan belgilanadi.

Boshlang‘ich holatdan qutblangan nur sathining o‘zgarishi burish burchagi deyiladi va burchak graduslarida ifodalanadi. Burish burchagi grek harfi “ α ” bilan belgilanadi. Burish burchagi kattaligi optik faol moddaning tabiatiga, qutblangan nurni optik faol muhitdagi bosib o‘tgan yo‘li uzunligiga va nurning to‘lqin uzunligiga bog‘liq bo‘ladi. Eritmalar uchun burilish burchagi kattaligi erituvchi tabiatiga, qatlam qalinligiga, optik faol modda tabiatiga va konsentratsiyasiga bog‘liq.

Burish burchagining kattaligi optik faol modda yoki uning eritmalarining qatlam qalinligi bilan to‘g‘ri proporsional bo‘ladi. Harorat ko‘p hollarda sezilarli ta‘sir etmaydi.

Turli moddalarning qutblangan nur sathini burish qobiliyatini tavsiflash uchun solishtirma burish burchagining $[\alpha]_D$ qiymati aniqlanadi.

Solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ konsentratsiyasi lg/ml ga teng bo‘lgan optik faol moddaning qutblangan monoxromatik nurni 1 dm qalinlikdagi muhitdan o‘tishidagi nur sathini burish burchagiga teng.

Maxsus ko‘rsatma bo‘lmasa, solishtirma burish burchagini 20°C haroratda natriy (589,3 nm) D spektri to‘lqin uzunligida aniqlanadi.

Optik faol modda eritmasining solishtirma burish burchagi $[\alpha]_D$ erituvchi tabiatiga va konsentratsiyasiga bog‘liq. Erituvchining konsentratsiyasini almashtirilishi solishtirma burish burchagini kattaligi ishorasining ham o‘zgartirishga olib kelishi mumkin. Shuning uchun me‘yoriy hujjatda dori vositasining solishtirma burish burchagi, erituvchi turi va eritmaning konsentratsiyasi

ko'rsatiladi.

Solishtirma burish burchagining kattaligi quyidagi formulalardan foydalanib aniqlanadi.

Eritma holdagi moddalar uchun

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \cdot 100}{L \cdot C}$$

α — o'lchangan burilish burchagi, gradus;

L — qatlam qalinligi, dm;

C — eritmaning foiz miqdori.

Suyuq holdagi dori moddalarning solishtirma burish burchagi esa quyidagi formula yordamida hisoblanadi:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{L \cdot P}$$

Optik faol modda burish burchagi orqali uning eritmadagi konsentratsiyasi va tozaligi aniqlanadi. Moddaning tozaligini solishtirma burish burchagini hisoblash orqali aniqlanadi.

Optik faol moddalarning foiz miqdori quyidagi formula orqali topiladi:

$$C = \frac{\alpha \cdot 100}{[\alpha] \cdot l}$$

$[\alpha]_D$ qiymati ma'lum oraliqdagi konsentratsiya uchun doimiydir.

Moddaning burish burchagini 0,002 aniqlikda o'lchash imkonini beradigan polyarimetrlarda o'lchanadi.

Buning uchun avval: toza suyuq moddalar uchun bo'sh kyuveta orqali, eritmalar uchun esa erituvchi orqali uskuna nol nuqtasiga keltiriladi. Nol nuqtada analizator prizmalarining ikkala ko'rish maydoni bir xil yoritilgan bo'lishi lozim.

Bu jarayon uch marotaba takrorlanadi va uning o'rtacha qiymati prizmaning "nol" holati deb qabul qilinadi. So'ngra tekshiriluvchi moddaning burish burchagi aniqlanadi. Tekshiriluvchi moddaning burish burchagi bilan "nol" nuqta orasida farq burish burchagini (α) ko'rsatadi.

Solishtirma burish burchagi orqali dori vositalarining sifati aniqlanadi.

Xinin gidroksloridning 0,1 M xlorid kislotasidagi tayyorlangan 3% li eritmasining solishtirma burish burchagi — 245^0 atrofida bolishi lozim.

Mentol miqdorini aniqlash

Aniqlash tartibi:

2,0 g mentol (aniq tortma) 20 ml 25% li spirtida eritilib, qalinligi 10 sm bo'lgan kyuvetaga solinib, polyarimetrdagi eritmaning burish burchagi aniqlanadi. Dori moddasidagi mentolning foiz miqdori quyidagi formula yordamida hisoblanadi

$$C = \frac{\alpha \cdot 100 \cdot V}{[\alpha]_D \cdot l \cdot a}$$

formulada:

α - eritmaning burish burchagi;

$[\alpha]_D$ - mentol eritmasining solishtirma burish burchagi - adabiy manbalarda keltirilgan ma'lumotga kG'ra - 43^0 - 51^0 ga teng;

α - tahlil uchun olingan mentolning aniq miqdori, g

l - kyuvetaning qatlam qalinligi - 1 dm

V - tekshiriluvchi eritmaning hajmi.

Riboflavinning solishtirma burish burchagini aniqlash

Aniqlash tartibi:

0,1 g riboflavin (aniq tortma) 4 ml 0,1 m kaliy gidroksidning spirtli eritmasida eritilib, tozalangan suv bilan eritmaning hajmi 20 ml ga etkaziladi va eritma tayyorlanganidan so'ng 30 minut o'tguniga qadar polyarimetrdada burish burchagi aniqlanadi.

Riboflavinning solishtirma burish burchagi - 110^0 dan - 130^0 gacha bo'lishi lozim.

Mustaqil ish topshiriqlari

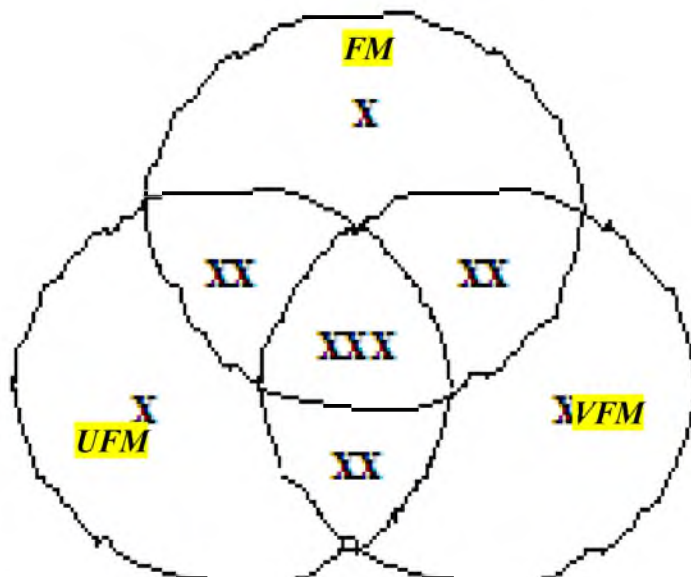
1. Mentol 10% spirtli eritmasi miqdorini polyarimetrik usulda aniqlang qlang.
2. Riboflavin eritmasi miqdorini polyarimetrik usulda aniqlang.
3. Qaysi dori moddalari optik faollik namoyon etadi? Ularning kimyoviy tuzilishini yozing.

Nazorat uchun savollar

1. Polyarimetriya usuli haqida ma'lumot bering.
2. Polyarimetrdaning tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari haqida ma'lumot bering.
3. Nur burish burchagi nima va u qaysi formula yordamida topiladi.
4. Solishtirma burish burchagi deganda nimani tushunasiz va uning ahamiyati haqida gapiring.
5. Polyarimetrik usulda dori moddalarining konsentratsiyasi qanday topiladi.
6. Polarizator haqida ma'lumot bering.
7. Optik faol moddalar deganda nimani tushunasiz?
8. Polyarimetrik usul bilan eritma muhitini aniqlash tartibi qanday?
9. Burish burchagi α qanday aniqlanadi?
10. Solishtirma burish burchagi nima? U qaysi formula yordamida aniqlanadi?
11. Optik izomerlar bilan dori modda biologik faolligi orasidagi bog'liqlikni tushuntiring.



VENNA DIAGRAMMASI



- * **VENNA DIAGRAMMASI**– 2-3 jihatlarni hamda umumiy tomonlarini solishtirish yoki taqqoslash yoki qarama-qarshi qo'yish uchun qo'llaniladi.
- Tizimli fikrlash, solishtirish, taqqoslash, tahlil qilish ko'nikmalarini rivojlantiradi.
- Diagramma Venna tuzish qoidasi bilan tanishadilar. Alohida kichik guruhlarda diagramma Vennani tuzadilar va kesishmaydigan joylarni (x) to'ldiradilar.
- Juftliklarga birlashadilar, o'zlarining diagrammalarini taqqoslaydilar va to'ldiradilar
- Doiralarni kesishuvchi joyida, ikki (XX) yoki uch (XXX) doiralar uchun umumiy bo'lgan, ma'lumotlar ro'yxatini tuzadi

POLYARIMETRIK, REFRAKTOMETRIK VA MIKROSKOPIK TAHLIL USULLARINI TAQQOSLANG.

Maqsadli masalani bajarish uchun tayyorlanishga mo'jallangan savollar.

1. Polyarimetriya usuli haqida ma'lumot bering.
2. Polyarimetrlning tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari haqida ma'lumot bering.
3. Nur burish burchagi nima va u qaysi formula yordamida topiladi.
4. Solishtirma burish burchagi deganda nimani tushunasiz va uning ahamiyati haqida gapiring.
5. Polyarimetrik usulda dori moddalarining konsentratsiyasi qanday topiladi.
6. Polyarizator haqida ma'lumot bering.
7. Optik faol moddalar deganda nimani tushunasiz?
8. Nur burish burchagi α dan foydalanib modda konsentratsiyasini topish formulasini yozing
9. Polyarimetrik taxlilda analizator nima vazifani bajaradi?
10. Polyarimetr asbobida ishlash tartibini tushuntiring

«Bumerang» treningi

Talabalar bir nechta kichik guruhlarga bo'linadi va vazifa yozilgan materiallar tarqatiladi, har bitta guruh o'z fikrlarini bayon qiladi hamda guruhlar orasida savol javob ketadi.

I – guruh vazifasi

- 1) Polyarimetriya usuli haqida ma'lumot bering.
- 2) Mentol preparatini polyarimetrik usulda taxlil qilish.

II – guruh vazifasi

- 1) Polyarimetrlning tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari haqida ma'lumot bering.
- 2) Glyukoza preparatini polyarimetrik usulda taxlil qilish.

III – guruh vazifasi

- 1) Polyarimetrik usulda dori moddalarining konsentratsiyasi qanday topiladi.
- 2) Saxaroza preparatini polyarimetrik usulda taxlil qilish.

7- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. DORI VOSITASINING ZARRACHALAR SHAKLINI MIKROSKOPIK TAHLIL QILISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Mikroskopik tahlil usuli haqida ma'lumot.
2. Mikroskopik tuzulishi
3. Mikroskopikda dori moddalar tahlili

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarni mikroskopik tahlil usulining nazariy asoslarini amaliyotda ko'rsatish, bunda ishlatiladigan moslama bilan tanishtirish, shu moslamani ishga tayyorlash bosqichlari bilan tanishtirish va unda tahlilni amalga oshirish ko'nikmasini shakllantirish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

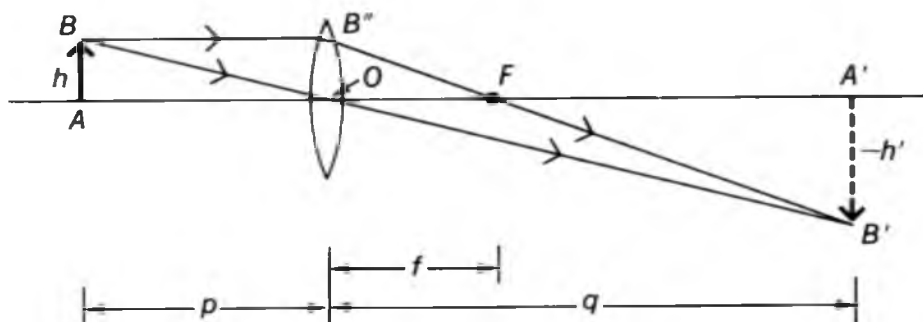
- Mikroskopni ishga tayyorlash;
- Dori moddalarni mikroskopik tahlil usulida chinligini aniqlash;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, mikroskop, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Optika fizika sohasi bo'lib, u yorug'lik chiqarish jarayonini, uning turli muhitlarda tarqalishini va materiya bilan o'zaro ta'sirini o'rganadi. Optik nurlanish elektromagnit to'lqinlardir va shuning uchun optika elektromagnit maydon umumiy nazariyasining bir qismidir. Yorug'lik ikki yoqlama xususiyatga ega (to'lqin-zarracha ikkitomonlama). Ba'zi bir optik hodisalarda yorug'likning to'lqin xususiyatlari (elektromagnit to'lqin sifatida yorug'lik) boshqalarida ustun - korpuskulyar (yorug'lik zarralar oqimiga o'xshaydi).

Birin-ketin joylashtirilgan linzalar tizimi kompozit linzalar yoki optik tizim deyiladi. Agar uning barcha sinadigan sirtlarining egri markazlari tizimning asosiy optik o'qi deb nomlangan bitta to'g'ri chiziqda yotsa, optik tizim kontsentrlangan. Elementar optik asbob - bu kattalashtiruvchi, yig'uvchi linzalar yoki kichik fokus uzunligi (10-100 mm) bo'lgan linzalar tizimi. Kattalashtirish 2 dan 50 gacha ko'tariladi. Kuzatilgan ob'ekt (AB) ob'ektivning oldingi fokus tekisligiga yoki biroz yaqinroq joylashadi.

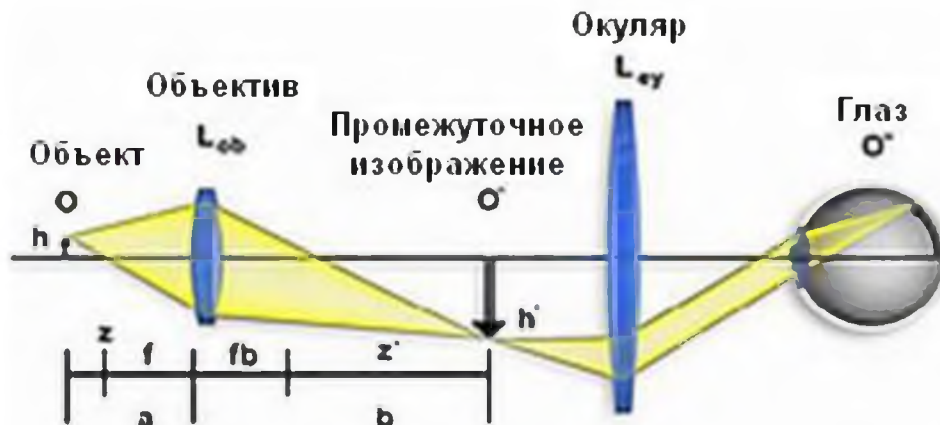


$$m = \frac{h'}{h} = -\frac{q}{p}$$

Kattalashtirish oynasining xususiyatlaridan biri bu kattalashtirish (G). kattalashtirish oynasining kattalashishi - ob'ektni kattalashtirish oynasi bilan vizual balandlikning h ga tenglashishi, vizual balandlikning h 'ga yaqinligi (q = 25 sm) masofada bir xil ob'ekt ko'z bilan kuzatilganda:

$$G = h' / h = q / p.$$

Ko'tarilish, birinchi holatda, ko'zning to'r pardasidagi tasvirning kattaligi, ikkinchisiga qaraganda necha marta katta ekanligini ko'rsatadi.



Balandligi h (O) bo'lgan ob'ekt retinada O'' ob'ektga aylantiriladi. Ob'ektiv ob'ektiv (L_{ob}) mikroskopning oraliq tekisligidagi O' tasvirining o'lchamiga kattalashtirilgan haqiqiy va inverter tasvirni O loyihalashtiradi. Bu ko'zoynakning diafragmasida nishon orqasida belgilangan masofada ($f_b + z'$) sodir bo'ladi. Ushbu diagrammada f_b maqsadning orqa fokus uzunligini, z' esa mikroskop naychasining optik uzunligini anglatadi. O' oraliq tasvir mikroskopning ko'zoynagi (L_{ey}) tomonidan yanada kengaytirilib, ko'zning to'r pardasida O'' ob'ektining vertikal tasvirini hosil qiladi, bu kuzatuvchiga teskari bo'lib ko'rinadi.

Mikroskopning kattalashishi - ob'ektivni kattalashtirish va ko'zoynakning ko'payishi mahsulidir

$$\Gamma_M = \Gamma_{ob} \cdot \Gamma_{ey} \approx \frac{z' \cdot D}{f_{ob} \cdot f_{ey}}$$

z' - naycha uzunligi

f_{ob} - ob'ektivning fokus uzunligi

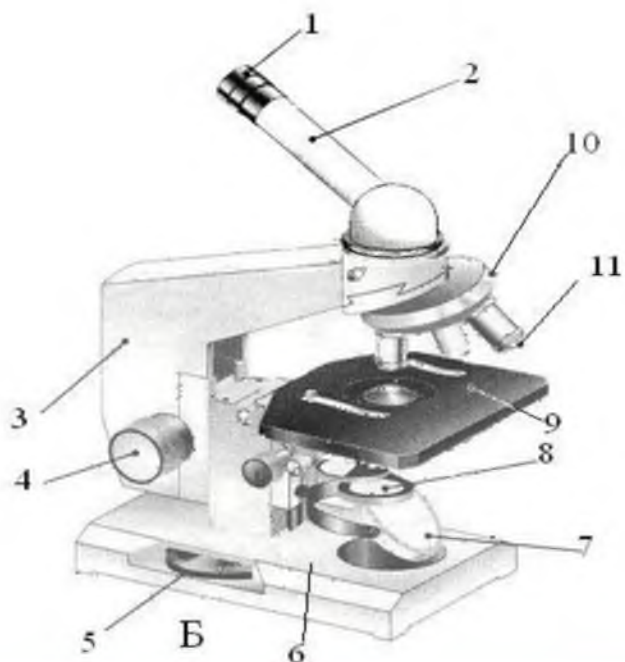
f_{ey} - ko'zoynakning fokus uzunligi

D - normal ko'zning eng yaxshi ko'rish masofasi. $D = 25$ sm

Микроскопнинг тузилиши

Микроскоп таркибий қисмларининг асосий вазифалари

Микроскоп механик ва оптик қисмларга бўлинади. Механик қисми унинг оптик ва ёритувчи системаларини бир-бирига бирлаштириб туради ва уларни бошқаришда асосий воситачи ҳисобланади. Микроскопнинг штативи, буюм столчаси, тағлиги, тубус, револьвер, макро ва микровинтлар механик қисмига киради. Буюм столчаси доира шаклида бўлиб, икки қаватдан иборат. Пастки қисми штативга маҳкамланган бўлиб, устки қаватини тутиб туради. Устки қаватини унга бириктирилган винтлар ёрдамида турли йўналишга (ўнгга, чапга, олдинга, орқага) ҳаракатлантириш мумкин. Бу эса препаратни у ёқ-бу ёққа суриб объектни микроскоп фокусига тўғрилашга имкон беради. Столчанинг марказидаги кичик тешикча орқали объектга нур ўтади. Объектга ойна қўзғалмаслиги учун столча устига қисқичлар (клеммалар) ўрнатилган. Микроскопнинг ёритувчи системаси ёруғлик нуруни препаратга йўналтириб, оптимал ёритиш вазифасини бажаради. Ёритувчи системага нур тўпловчи ойна, конденсор ва диафрагма киради. Нур тўпловчи ойна ярим ой шаклидаги туткич ёрдамида микроскопдаги махсус уяга бириктирилган бўлиб, у туткич атрофида айлана олади. Ойнанинг бир томони ботиқ, иккинчи томони текис бўлади. Тушаётган ёруғлик кам бўлса



Микроскопнинг тузилиши. 1 - окуляр, 2 - тубус, 3 - штатив, 4 - макровинт, 5 - микровинт, 6 - таглик, 7 - кўзгу, 8 – конденсор, 9 – буюм столи, 10 - револьвер, 11 - объектив,

ёки микроскопда конденсор бўлмаса, ойнанинг ботиқ томони ишлатилади. Ёруглик етарли бўлиб, микроскопда конденсор бўлса, ойнанинг текис томони ишлатилади. Конденсор нур тўпловчи линзалардан тузилган бўлиб, препаратни тўлиқ ёритиш учун ишлатилади. У ҳаракатлантирувчи винт ёрдамида юқорига кўтарилганда, препаратга тушадиган нурнинг кучи ортади.

Лабораторияда амалий машгулотлар ўтиш жараёнида микроскоп билан ишлаш қоидаларига амал қилиш талаб этилади. Бу қоидалар қуйидагилардан иборат:

1. Микроскоп стол чеккасидан 3 - 4 см ичкарига қўйилади.
2. Микроскопнинг окуляр ва объектив линзалари, нур тўпловчи ойналар қуруқ, тоза ва юмшоқ латта билан артилади.
3. Микроскоп штативини чап елкага тўтрилаб қўйиш керак.
4. Конденсор юқорига кўтарилиб, диафрагма очилади.
5. Микроскопнинг кичик (8х ли) объективи буюм столчасининг тешиги рўпарасига келтирилиб, столчадан 1 см баландликда тутилади.
6. Бир кўз (чап кўз) билан окулярдан қараб, ойна ёруг тушаётган томонга қараб айлантирилади, тўпланган ёруглик тиниқ ва тўлиқ бўлиши шарт.
7. Препарат қисқичлар ёрдамида столчага бириктирилади.
8. Ҳар қандай объект кичик объективдан бошлаб кузатилади. Объектив препаратдан (4-5 мм) баланд бўлиши керак. Сўнгра бир кўз (чап кўз) билан окулярдан қараб туриб, макровинт воситасида тубус секин юқорига кўтарилади, объектнинг аниқ тасвири кўринганда, тубусни кўтариш ёки тушириш тўхтатилади.
9. Объектнинг исталган қисми топилгач, қисмларини кузатиш учун катта объективга (40х га) ўтказилади. Катта объектив препаратдан 1-2 мм баландликка келтирилиб, сўнг окулярдан қараб туриб, макровинт жуда секин буралади.
10. Объект кузатиб бўлингандан сўнг револьверни бураб, микроскоп кичик объективга ўтказилади. Препарат столчадан олинадиган, микроскопга боғланган тозаллагич мато тахланиб объектив тагига қўйилади ёки объектив столчадан юқори кўтарилган ҳолда қолдирилади.

ТРАЗОДОН ДОРИ ВОСИТАНИ МИКРОКРИСТАЛЛОСКОПИК ТАҲЛИЛИНИ ЎРГАНИШ. Микрокристаллоскопик таҳлил, моддаларни кристалл тузилиши, кристалл ўлчами ва ранги бўйича аниқлашга асосланади. Микрокристаллоскопик реакциялар буюм

ойначаси устида бажарилади, буюм ойначасига текширилаётган модда, сўнг реактив томизилиб, микроскоп остида кристалл кўрилади. Ҳосил бўлган кристалллар 20-50 мк катталиқда бўлиши керак. Уларнинг шакли ва қирралари микроскопнинг катталиштириши (60-100 марта) да намоён бўлиши керак. 2-20 мк катталиқдаги заррачаларни 150-250 марта катталаштириб, микроскоп остида кўриш мумкин. Одатда микроскопдан фойдаланилганда 30-80 марта катталаштирилиб кўрилади. Тразодон дори воситасини микрокристаллоскопик усулда чинлигини аниқлаш учун тразодон дори воситасининг 10 мг олиниб уни 10 мл 96% этил спиртида эритилиб, эритма ҳажми 10 мл га этил спирти билан етказилди. Микрокристаллоскопик таҳлил жараёнида 50 дан ортиқ реактивлардан фойдаланилди. Булардан хлор-рух-йод, кадмий-йодид реактиви, темир-йод комплекси ва бошқа реактивлари ёрдамида рангли микрокристалллар ҳосил бўлиши кузатилди.

1. *Темир-йод комплекси билан ҳосил қилган микрокристаллари* - тайёр эритмадан буюм ойначасига 2-3 томчи томизилиб, спиртли эритма хона ҳароратида қуритилгач, 1-2 томчи темир-йод комплекси кўшилади ва ҳўл камерада 15-20 дақиқа сақланади. Микроскопда текширилганда айрим характерли микрокристалллар ҳосил қилади. Бажарилган таҳлил натижалари 1-расмда келтирилган.

2. *Кадмий-йодид реактиви билан ҳосил қилган микрокристаллари* - тайёр эритмадан буюм ойначасига 2-3 томчи томизилиб, спиртли эритма хона ҳароратида қуритилгач, 1-2 томчи кадмий-йодид реактиви кўшилади ва ҳўл камерада 15-20 дақиқа сақланади. Микроскопда текширилганда айрим характерли микрокристалллар ҳосил қилади. Таҳлил натижалари 2-расмда келтирилган.

3. *Хлор-рух-йод реактиви билан ҳосил қилган микрокристаллари* - тайёр эритмадан буюм ойначасига 1-2 томчи томизилиб, спиртли эритма хона ҳароратида қуритилгач, 1-2 томчи хлор-рух-йод реактиви кўшилади ва ҳўл камерада 10-15 дақиқа сақланади. Микроскопда текширилганда айрим характерли микрокристалллар ҳосил қилади. Бажарилган таҳлил натижалари 3-расмда келтирилган.



1-расм. Темир-йод комплекси билан тразодоннинг ҳосил қилган микрокристаллари (оч қўнғир фонда)



2-расм. Кадмий-йодид реактиви билан тразодоннинг ҳосил қилган микрокристаллари (рангсиз фонда)



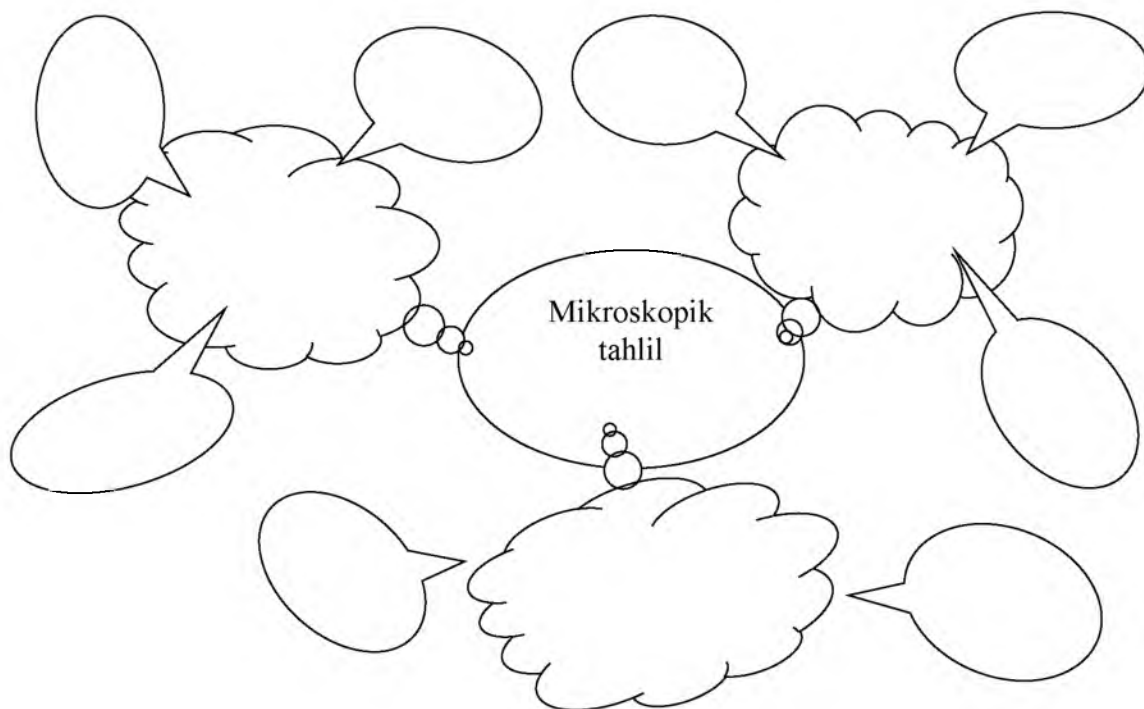
3-расм. Хлор-рух-йод реактиви билан тразодоннинг ҳосил қилган микрокристаллари (оч қўнғир фонда)

Paxikarpinni mikroskopik usulda tahlil qilish

Mikroskop buyum oynachasiga bir necha tomchi paxikarpinning spirtli eritmasini tomizib, xona haroratida bug'latiladi. Quruq qoldiqqa 1-2 tomchi 0,1n xlorid kislota eritmasidan va xuddi shu

miqdorkobalt rodanid eritmasidan qo'shiladi. Bunda prizma ko'rinishidagi xavorang kristallar hosil bo'ladi. Nam kamerada saqlanishi natijasida bu kristallar o'sib shoxsimon dendritlar ko'rinishiga keladi.

KLASTER USULI



Olingan bilimlarni tekshirish uchun savollar

1. Микроскопик таҳлил учун материаллар.
2. Электрон микроскоп ёрдамида текшириш усуллари
3. Микроскопик таҳлил моҳиятини айтинг.
4. Микроскоп тузилиши ҳақида маълумот беринг.
5. Микроскопни таҳлилга тайёрлаш кетма-кетлигини айтинг.
6. **Дори моддаларини микрокристаллоскопик таҳлил боскичлари**

9. Ob'ektning istalgan qismi topilgach, qismlarini kuzatish uchun katta ob'ektivga (40x ga) o'tkaziladi. Katta ob'ektiv preparatdan 1-2 mm balandlikka keltirilib, so'ng okulyardan qarab turib, makrovint juda sekin buraladi.

10. Ob'ekt kuzatib bo'lingandan so'ng revolvorni burab, mikroskop kichik ob'ektivga o'tkaziladi. Preparat stolchadan olinadi, mikroskopga bog'langan tozalagich mato taxlanib ob'ektiv tagiga qo'yiladi yoki ob'ektiv stolchadan yuqori ko'tarilgan holda qoldiriladi.

Paxikarpinni mikroskopik usulda tahlil qilish

Mikroskop buyum oynachasiga bir necha tomchi paxikarpinning spirtli eritmasini tomizib, xona haroratida bug'latiladi. Quruq qoldiqqa 1-2 tomchi 0,1n xlorid kislova eritmasidan va xuddi shu miqdorkobalt rodanid eritmasidan qo'shiladi. Bunda prizma ko'rinishidagi xavorang kristallar hosil bo'ladi. Nam kamerada saqlanishi natijasida bu kristallar o'sib shoxsimon dendritlar ko'rinishiga keladi.

8-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. FOTOELEKTROKOLORIMETRIK USULDA DORI VOSITASINI TAHLIL QILISH. SVETOFILTR TANLASH.

Laboratoriya mashg'ulotni olib borish 4 soatga rejalashtirilgan.

Mashg'ulotning maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni fotokolorimetrik tahlil usullari va unda qo'llaniladigan fotoelektrokolorimetrlarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari bilan

tanishtirish. Rangli eritmalarni optik ko'rsatkichini aniqlash (mis sulfat, riboflavin, furatsilin va boshqa dori vositalarining eritmaları misolida). Tahlilni olib borishda kyuveta va svetofiltrlarni tanlash, hamda ularning ahamiyati.

Maqsadga yo'naltiruvchi vazifalar: talabalarni oddiy taqqoslash kolorimetrik usul, fotoelektrokolorimetriya usullari bilan tanishtirish.

A) Noma'lum konsentratsiyadagi riboflavin eritmasining rangini, nur yutishini standart eritma bilan taqqoslash.

B) Fotoelektrokolorimetr – KFK-2 yordamida riboflavin eritmasining optik ko'rsatkichini aniqlash.

V) Riboflavin eritmasining har xil svetofiltr va 3 mm, 5 mm, 10 mm va 20 mm qalinlikdagi kyuvetalar yordamida nur yutish ko'rsatkichini aniqlash.

Dars o'tish vositalari va ulardan foydalanish usullari: Fanni o'rganishda kompyuter vositalari, standart dasturlar, ko'rgazmali qo'llanmalar va internet materiallari hamda zamonaviy pedagogik texnologiyalar, ya'ni interaktiv usullar qo'llaniladi.

MASHG'ULOTNING QISQACHA MAZMUNI

Fotometriya usullari. Fotometriyaning nazariy asoslari.

Fotometriya usuli moddalar sifati va miqdorini aniqlashda, moddalar eritmalarini nur yutish qobiliyatlariga asoslanadi. Har qanday modda eritmaları o'ziga nur yutish va qaytarish xususiyatiga ega.

Nurlar ma'lum to'lqin uzunligidagi tebranishlarga ega bo'ladi. To'lqin tebranishining har bir chastotasini masofasi **to'lqin uzunligi** deyiladi.

Uzunlik km, m, sm, mm, mmk o'lchamlari bilan quyidagicha belgilanadi (millimikron yoki nm $1\text{nm}=10^{-9}\text{m}$).

10^{-5} – $6\cdot 10^{-3}$ mmk – gamma nurlar

$6\cdot 10^{-3}$ – 2 mmk – rengen nurlari

2 mmk – 18 mmk – UB vakuum nurlari

185 – 275 – UB nurlanishning uzoq diapazoni

275 – 320 mmk - UB nurlanishning o'rtacha diapazoni

320 – 400 mmk - UB nurlanishning yaqin diapazoni

400 - 760 mmk – ko'rinadigan yorug'lik nurlari

760 mmk – 1 mm – infraqizil nurlar

1 mm – 10 m – ultra qisqa radioto'lqinlar

10 m – 100 m – qisqa radioto'lqinlar

100 m – 1000 m - o'rtacha radioto'lqinlar

1000 m- 10000 m - uzun radioto'lqinlar

10000 m - o'ta uzun radioto'lqinlar

Bu usul absorbsiometriya, fotometriya, spektrofotometriya, spektrokolorimetriya, ba'zi xollarda kolorimetriya deb ham ataladi. Usulning qo'llanilish doirasi va uning afzalliklari

Asosiy afzalliklari. 1. Ishlatilish doirasi juda keng. Agar tekshiriluvchi modda yorug'likni, kuchsiz yutsa, uni tegishli reaktiv qo'shib, yorug'likni kuchli yutadigan moddaga aylantirish mumkin.

2. Turli reagentlarni qo'llash bilan uning sezgirligini oshirish mumkin. Ayniqsa bu usul bilan turli moddalarning (qoldiq) yuqlarini aniqlash mumkin.

3. Bu usul bilan aniqlash juda tez olib boriladi, chunki bu usul titrlangan eritmadan qo'shmasdan bajariladi va eng oxirgi o'lchash operatsiyasi juda ham sodda. Bundan tashqari o'tkaziladigan ajratish sonini qisqartirish yoki oldini olish mumkin, chunki xalaqit qiluvchi ionlarni yo'qotish uchun analitik kimyoda ishlatiladigan barcha usullardan (reaktiv tanlash, oksidlanish-qaytarilish, pH-muhitini zarur sharoitga keltirish, komplekslar hosil qilish, organik erituvchilarni ishlatish) foydalanish mumkin

4. Tekshiriluvchi eritma barcha xalaqit qiluvchi moddalar saqlagan eritma bilan (nazorat tajribasi) solishtirish mumkin, bundan tashqari, ko'pincha kerakli moddani aniqlashni boshqa nur yutuvchi moddalar ishtirokida olib borish mumkin.

Moddalarning nur yutishi va nur o'tkazishining xarakteri va qiymati tekshiriluvchi moddaning tabiatiga va eritmadagi konsentratsiyasiga bog'liq bo'ladi.

Murakkab tarkibdagi molekularlar eritmalarini aniq bir to'lqin uzunligida nur yutish xususiyatini ko'rsatkichi ma'lum qiyinchiliklar keltiradi. Shuning uchun amaliy olib boriladigan natijalar yordamida biror bir xulosaga ega bo'lishi mumkin. Ma'lum to'lqin uzunligida murakkab modda eritmasini nur yutishi uning kimyoviy tuzilishiga bog'liqdir, unda tashqi elektron orbitallarini kimyoviy bog'larni hosil qilishiga asoslangan. Shundan ko'rinib turibdiki organik molekularlarning spektral xususiyati tarkibidagi quyidagi elektron bog'larni hosil bo'lishiga bir xil bog'larni hosil qilishi, δ - elektron bog'larni, qo'sh bog'larni hosil qilishi - π - elektron bog'larni va molekularlarda azot, kislorod elementini saqlaganlar erkin elektron parlarini yoki n – elektronlari ishtirokida bo'lishi kuzatiladi. Bunday har xil elektronlarning o'zgarishi natijasida, har xil spektral xususiyatga ega bo'lgan xolatlarni kuzatish mumkin. Ulardan tashqari spektrlarning hosil bo'lishida qo'llanilgan organik erituvchilarning xususiyatlariga ham bog'liqdir.

Modda eritmalarining ma'lum spektrda nur yutishi modda molekulasida aniq atomlarning mavjudligiga bog'liqdir.

Rang hosil qiluvchi guruh moddalarini nur yutishi ko'zga ko'rinadigan spektr oralig'ida bo'lib, ularni *xromoforlar* deb yuritiladi. Quyidagi jadvalda xromafor hosil qiluvchi guruh, ularni nur yutish oralig'i va shu guruhga to'g'ri keladigan yuqori nur etish oralig'i to'g'risida ma'lumotlar keltirilgan.

Xromofor guruhi	formulasi	Modda	Erituvchi	$\lambda_{\max}, \text{nm}$	ϵ
karbonil	$>\text{S}=\text{O}$	atseton	spirt	270,0	15,8
karbonil	$>\text{S}=\text{O}$	atsetaldegat	spirt	293,4	11,8
karboksil	$-\text{SOON}$	sirka kis-si	toza suv	204,0	60,0
etilen	$-\text{S}=\text{S}-$	etilen	toza suv	193,0	$10 \cdot 10^3$
azometin	$>\text{S}=\text{N}-$	atsetoksim	toza suv	190,0	$5 \cdot 10^3$
nitroza	$-\text{N}=\text{O}$	nitrozo-butan	efir	665,0	20
nitrit	$-\text{O}-\text{N}=\text{O}$	oktilnitrit	geksan	230,0	$2,2 \cdot 10^3$
benzol	S_6N_6	oktilnitrit	geksan	255,0	230
nitrat	$-\text{O}-\text{NO}_2$	etilnitrat	dioksan	270,0	12

Yuqorida keltirilgan jadvaldagi ma'lumotlar modda molekulasidagi guruhlar yordamida ma'lum aniqlikdagi spektral nur yutish xususiyati tasdiqlab olishga yordam beradi. Ayrim xolatlarda bunday xromofor guruhi bilan bir qatorda uning tarkibida bo'lgan aktiv atomlar ishtirokida o'zi xech qanday nur yutish xususiyatiga ega bo'lmagan, lekin xromofor guruhi ishtirokidagi rang hosil bo'lishi va nurning intensivligini oshirishda xizmat qiladi.

Nur yutishni xarakterlovchi asosiy qiymatlari. Agar modda eritmasi J_0 intensivlikda yorug'lik (nur to'plami) o'tkazilsa, nur eritma qatlamidan o'tgandan keyin uning intensivligi J_t gacha kamayadi. Bularning nisbati yorug'lik

$$\frac{J_t}{J_0} = T$$

o'tkazishni (yutishni) xarakterlaydi. Yorug'lik o'tkazish qiymati (T) 0 dan 1 gacha o'zgarishi mumkin. Ba'zi xollarda bu qiymat protsentlarda ifodalanadi. Agar T qiymat kattaligini 1 sm qatlam qalinligiga tavsiya etilsa, bu qiymatni nur yutish koeffitsiyenti deyiladi. Moddalarning nur yutish qiymatini optik zichlik D bilan ifodalash mumkin.

$$D = -\lg T \quad D = \lg \frac{J_0}{J_t}$$

D qiymatlari turli musbat qiymat bo'lib, 0 dan ∞ gacha bo'lishi mumkin. Lekin zamonaviy asboblarda optik zichlik qiymatini 2 gacha aniqlash imkonini beradi.

Fotometriyaning asosiy qonuni

Nur yutishning asosiy qonuni asosan, ya'ni Buger-Lambert-Ber qonuniga asosan – modda eritmasining nur yutish va shu eritma, nur yutgan, hamda moddaning konsentratsiyasi orasida bog'liqlik bor.

$$J_t = J_0 \cdot 10^{-EIS}$$

S – nur yutgan eritma konsentratsiyasi mol/l

l – qatlam qalinligi, sm hisobida

E – molyar nur yutish ko'rsatkichi

Molyar nur yutish ko'rsatkichi (E) qiymati nur yutuvchi moddaning tabiatiga, tanlangan to'lqin uzunligiga va bosimiga bog'liq.

$$J_t$$

$T = \frac{J_t}{J_0}$ dan foydalanib $J_t = J_0 \cdot 10^{-EIS}$ tenglamani

quyidagicha yozish mumkin. $T = 10^{-EIS}$

$D = \lg T$ ekanligi hisobga olgan holda ya'ni, agar eritmaning nur yutishi Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysunsa, u holda eritmaning zichligi D shu eritmaning konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional bo'ladi. Bu holda optik zichlikning konsentratsiyasiga bog'liqlik grafigi (chizmasi) koordinat boshidan boshlanuvchi to'g'ri chiziq bo'ladi. Agar moddaning nur yutish qonuni e'tiborga olinmasa to'g'ri chiziqli bog'liqlik buziladi.

Buger-Lambert-Ber qonuni faqat nur yutish ko'rsatkichi doimiy bo'lgan monoxromatik nurlanish sharoitida to'g'ri keladi.

Ber qonuni quyidagi sharoitlarda kuzatiladi:

1. Eritmadan o'tayotgan nur monoxromatik bo'lishi kerak. Agar bu sharoit kuzatilmasa, ikki bir-biriga yaqin to'lqin uzunliklari uchun λ va λ^1 quyidagi tenglik hosil bo'ladi.

Ber qonuni polixromatik nurlar uchun qo'llanilmaydi, chunki $\epsilon\lambda$ va $\epsilon\lambda^1$ qiymatlari bir-biriga teng emas. Bu esa shuni ko'rsatadiki, ideal sharoitga keltirish, yaqinlashtirish uchun shunday nur to'plamini tanlash kerakki, bunda to'lqin uzunliklari intervali nur yutish egri chiziq maksimumini o'z ichiga olishi yoki u egri chiziqda imkon boricha egri chiziqning gorizontaal qismida bo'lishi kerakki, bunda hamma intervalda

$$E_\lambda \approx \epsilon\lambda^1 \dots \text{bo'ladi.}$$

2. Rangli eritma konsentratsiyasi juda ham yuqori bo'lishi maqsadga muvofiq emas.

3. Ba'zi bir kimyoviy reaksiyalarsiz, rangsiz eritmalarning yuqori konsentratsiyasi nur yutish qiymatlariga ta'sir ko'rsatishi mumkin.

4. Ber qonuni flyuoressensiya hosil qiluvchi moddalar va suspenziya hosil qiluvchi moddalar uchun rioya qilmaydi.

5. Agarda suyultirilgan eritmalar kimyoviy muvozanati kuchli siljitsa, u holda nur yutish qonuniga qisman bo'ysunmaslik kuzatiladi.

Optik zichlik additivlik qonuni

Ikkita bir xil qalinlikdagi kyuvetada turli modda eritmaları bor deb faraz qilamiz.

E_1 va S_1 hamda E_2 va S_2 bo'lsin. Xuddi shu qalinlikdagi kyuvetaga, shu ikki moddaning ma'lum konsentratsiyasidagi $S_1 + S_2$ eritmasi bo'lsin.

Agar 1 chi, 2 si va 3 chi kyuvetadagi eritmalaridan monoxromatik nur o'tkazilsa, u holda 3 chi kyuvetadagi eritmaning optik zichligi birinchi va ikkinchi kyuvetadagi eritmaning optik zichlik yig'indisiga teng bo'ladi.

$$D_3 = D_1 + D_2 = (E_1 C_1 + E_2 C_2)$$

Bir moddaning boshqa modda ishtirokida aniqlash imkonini beradi, bu xususiyat katta ahamiyatga ega.

Optik zichlikni additivlik qonuni tekshiriladigan eritmada bir nechta yutadigan modda bo'lsa, ularning optik ko'rsatkichining yig'indisi eritmaning umumiy optik ko'rsatkichiga teng bo'lishini

tasvirlaydi. Agarda eritmada M, N, R va Q moddalar bo'lsa, ularning har birining optik ko'rsatkichi mos ravishda

$$A_M = \epsilon_m \cdot S_m \cdot l_m; \quad A_N = \epsilon_N \cdot S_N \cdot l_N; \quad A_R = \epsilon_r \cdot S_r \cdot l_r; \\ A_Q = \epsilon_Q \cdot S_Q \cdot l_Q \text{ bo'ladi.}$$

Ushbu optik ko'rsatkichlarining yig'indisi eritmaning umumiy optik ko'rsatkichini

$$A = A_M + A_N + A_R + A_Q = \epsilon_m S_m \cdot l_m + \epsilon_N \cdot S_N \cdot l_N + \epsilon_r \cdot S_r \cdot l_r + \\ \epsilon_Q \cdot S_Q \cdot l_Q \text{ ni tashkil etadi.}$$

Har qanday modda elektromagnit nurlarini o'ziga yutadi va o'zidan tarqatadi. To'liq uzunligi 400 – 700 nm oralig'ida o'ziga nur yuta oladigan moddalar ranglidir. Moddalarni nur yutish xususiyati va ko'rsatkichi hamda nurning tarqalishi moddaning tabiatiga konsentratsiyasiga va nurni qanday qalinlikdan o'tayotganligiga bog'liqdir. Shu xususiyatlari va nur yutishi asosida moddani sifat va miqdorini aniqlash amalga oshiriladi. Bu usul dori vositasi tarkibidagi asosiy moddani aniqlashda keng qo'llanib kelinmoqda.

Amaliy mashg'ulotni aniq amalga oshirishda talaba oldiga qo'yilgan vazifalarni bajarishida eritmalarini nur yutishdagi asosiy usullarni bilish bilan bir qatorda shu mavzuga taalluqli bo'lgan fanlardagi bilimlarni ham o'zlashtirishi kerak.

Fizika: Optika. Optik usullar yordamida izlanishlar olib borish FEK va SF uskunalarini ishlash prinsiplari.

Organika: Organik birikmalarni nur yutish xususiyatlari.

Farmatsevtik kimyo: Dori shakllari tarkibidagi dori vositalarini nur yutish xususiyatiga asoslanib tahlilini olib borish.

Fotometrik tahlilda ishlatiladigan fotoelektrokolorimetr va ularning tuzilishi



1-rasm. Fotoelektrokolorimetr – KFK-2

KFK-2 Fotoelektrokolorimetr qurilmasi

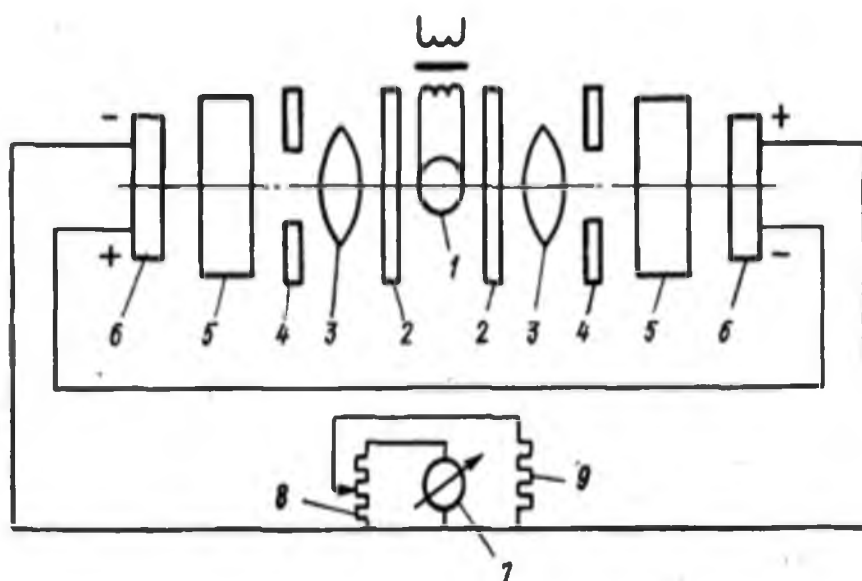
Konsentratsion fotoelektrik kolorimetr KFK-2 qurilmasi moddalarning miqdorini ularning rangli eritmalarida 315-980 nm to'liq uzunligi diapazonida optik zichligi yoki nur o'tkazish koeffitsienti bo'yicha aniqlashga mo'ljallangan.

KFK-2 qurilmasi nur manbai, svetofiltr, optika, kyuveta bo'linmasi, fotometrik qurilma va qayd qiluvchi moslama joylashgan optik blokdan (qurilmaning old qismi) va kuchlanish stabilizatori va quvvat transformatori joylashgan quvvatlanirish bloki (orqa qismi) dan iborat.

Kolorimetrdagi Nur manbai galogen lampadir. Nurlanishni qabul qilish (fotopriyomnik) vazifasini 315-540 nm to'liq diapazonida ishlash uchun fotoelement F-26 va maxsus 590-980 nm to'liq diapazonida ishlash uchun esa fotodiod FD-24K bajaradi.

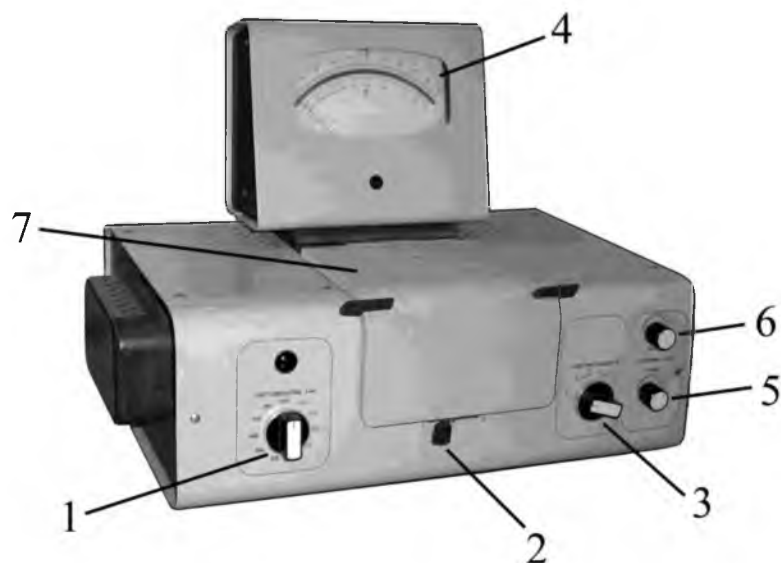
Lampaning nur oqimi maxsus qurilmalar yordamida kondersirlanadi, kuchaytiriladi va svetofiltr xamda kyuvetadagi rangli eritma orqali o'tib nurlanishni qabul qiluvchi moslamaga tushadi.

Bunda yorug'lik nurlanishi elektr signallariga aylantiriladi va o'lchash asbobiga yetkazib beriladi. Mikroampermetrning ko'rsatkichi tekshiriluvchi eritmadan o'tgan nur oqimiga proporsionaldir.



2-rasm. FEK-M fotokolorimetr chizmasi:-1-lampa; 2-svetofiltrlar; 3-linzalar; 4-diafragmalar; 5-kyuvetalar; 6-fotoelementlar; 7-galvanometr; 8,9 - reostatlar

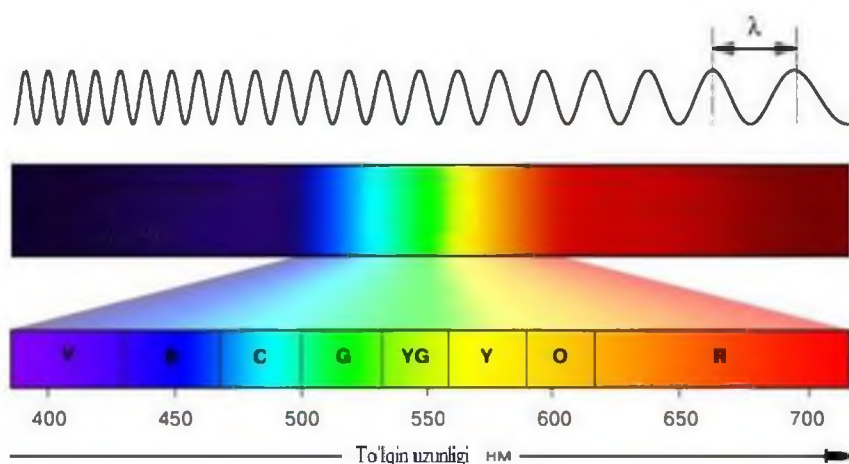
Asbobning umumiy tuzilishi va uning ifodasi



3-rasm. Fotoelektrokolorimetr – KFK-2

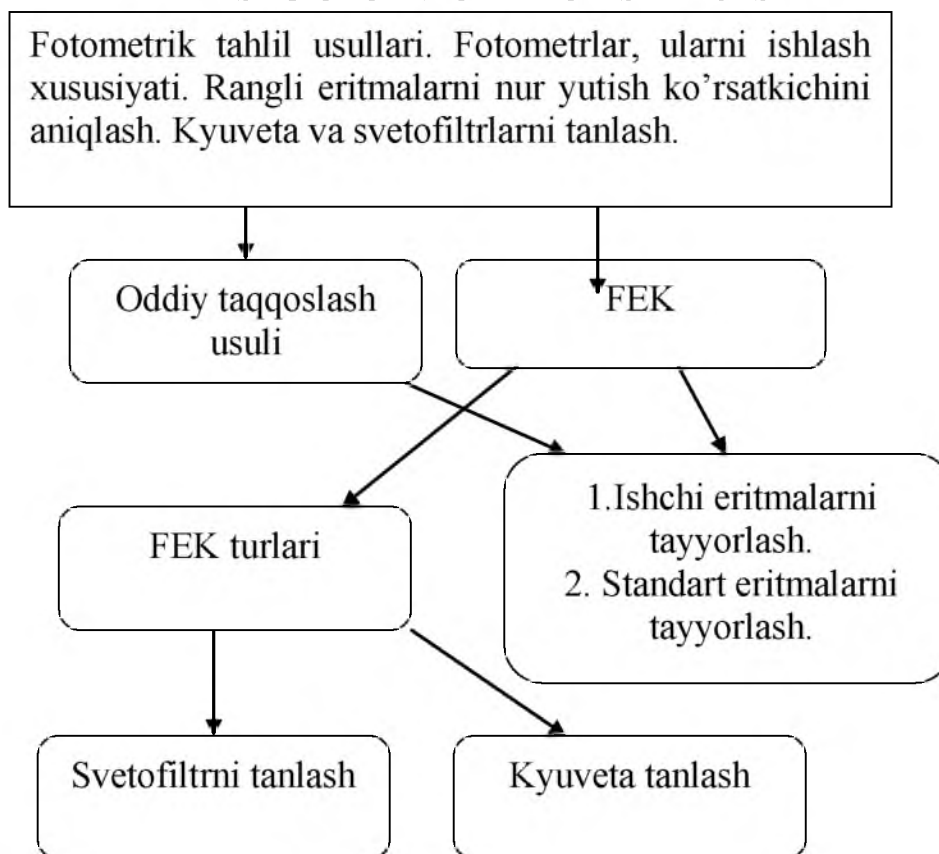
1. Svetofiltrni o'rnatuvchi tutqich(tutqich atrofida to'liq uzunliklari markirovkasi keltirilgan)
2. Kyuveta bo'lmasida kyuvetalarni siljitish tutqichi
3. Fotopriyomnik sezgirligini yoquvchi tutqich(qora rang bilan belgilangan 1, 2 va 3 raqamlari 315-540 nm to'liq uzunligi diapazonida ishlash uchun, qizil rangdagilari esa 590-980 nm to'liq uzunligi diapazonida ishlash uchun mo'ljallangan)
4. Mikroampermetr (ikkita shkaladan iborat: yuqoridagi shkala bo'yicha nur o'tkazish koeffitsienti o'lchansa, pastkisi shkala bo'yicha eritmaning optik zichligi o'lchanadi)
5. Mikroampermetrni past sezgirlikda sozlash tutqichi
6. Mikroampermetrni yuqori sezgirlikda sozlash tutqichi

7. Kyuveta bo'lmasi qopqog'i



4-rasm. Fotokolorimetriya usulida spektral parchalanish

MASHG'ULOTNI OLIB BORISH REJASI



Fotometrik tahlilda tushayotgan nurning to'liqin uzunligini va qo'llaniladigan svetofiltrni tanlash

Fotometrik tahlilda modda eritmalarini nur yutish oralig'ini aniqlashda, uni eng yuqori nur yuta oladigan to'liqin uzunligini tanlab olishga xarakat qilinadi, chunki bu sharoitda modda aniq va sezgirligi yuqori bo'lib, uning miqdoriy tahlilini olib borishda yaxshi natijalarga erishiladi. Tanlab olingan eng yuqori nur yutishga ega bo'lgan to'liqin uzunligi quyidagi talablarga javob berishi kerak:

A) shu to'liqin uzunligida yuqori sezgirlikka ega bo'lishi (ko'z, fotoelement).

B) Nur yutish sharoitida to‘lqin uzunligini ma’lum darajada o‘zgarishiga qaramasdan olinadigan natijalarni aniqlik darajasini yuqori bo‘lishi.

V) Fotometriyaning asosiy qonuniga bo‘ysunishi kerak.

Eritmalarni optik ko‘rsatkichini aniqlash jarayonida, ularni yuqori nur yutish oralig‘ida ($\lambda_{\max}$), yoki optimal nur yutish oralig‘ida (λ_{opt}), yoki izobestik nur yutish oraliqlarida (λ_{izb}) olib borishlik talab etiladi.

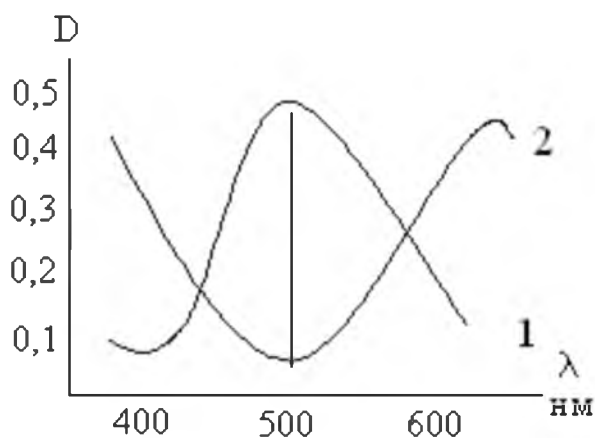
Bu keltirilgan holatlarni ko‘rib chiqamiz.

1. Agar faqat tekshiriluvchi rangli eritma nur yutsa, bunda boshlang‘ich komponentlar – nur yutmaydi, u holda eritmaning optik ko‘rsatkichi maksimal to‘lqin uzunligida ($\lambda_{\max}$) o‘lchanadi va bunda tekshiriluvchi modda eritmasining maksimal nur yutishi kuzatiladi.

$\lambda_{\max}$ to‘lqin uzunligida modda eritmasining optik ko‘rsatkich o‘lchamining sezgirligini ko‘tarish imkoniyatini beradi, bu esa molyar koeffitsent qiymati sezgirligini oshirishga yordam beradi.

Fotometriya usulida monoxromatik nurning eng yuqori nur yutish ko‘rsatkichini ($\lambda_{\max}$) monoxromatorlar yordamida ya’ni svetofiltrlar bilan amalga oshiriladi.

Svetofiltr shunday tanlanadiki, tekshiriluvchi moddaning nur yutish spektriga asoslangan holda rangli eritmaning maksimal nur yutish spektri va svetofiltrning, ya’ni eritmaning nur yutish maksimumi svetofiltrning nur yutish minimumiga to‘g‘ri kelishi kerak. (5-rasm).



5-rasm. 1 – nur yutilish chizig‘i, 2 - nur o‘tkazish chizig‘i

Agarda svetofiltrlarning yoki tekshiriluvchi eritmaning nur yutish spektri xarakteristikasi ma’lum bo‘lsa, u holda svetofiltr eritmaning qo‘shimcha rangiga moslab tanlanadi. (1-jadval).

1-jadval

Rangli eritmalar va ularga xos svetofiltrlar

Eritma rangi	$\lambda_{\max}$, nm	Svetofiltr rangi
Sariq – yashil	400-450	Qizil binafsha
Sariq	450-480	Zangori
Sariq – yashil	480-490	Yashil zangori
Qizil	490-500	Zangori yashil
Qizil - binafsha	500-560	Yashil
Binafsha	560-575	Sariq yashil
Zangori	575-590	Sariq

Yashil - zangori	590-625	Binafsha
Zangori – yashil	625-700	Qizil

Tajribalar sharoitida eritmaning nur yutish to‘lqin uzunligi maksimumi $\lambda_{\max}$ ishlatilayotgan fotoelementning sezgirlik maksimumiga to‘g‘ri kelmasa, u holda svetofiltr tajriba yo‘li bilan tanlanadi. Buning uchun har gal svetofiltr bilan eritmaning optik ko‘rsatkichi o‘lchanadi. Berilgan rangli eritmaning qaysi svetofiltrdagi optik ko‘rsatkich qiymati eng yuqori bo‘lsa, shu svetofiltr fotometriya usulida aniqlash uchun to‘g‘ri keladi.

KFK-2 qurilmasida ishlash qoidalari

I. Qurilmani ishga tayyorlash

1. Kerakli svetofiltrni o‘rnatish. 1-tutqich.
2. 3-tutqich (fotoelement sezgirli) 1,2,3 raqamlariga o‘rnatilganda eritma rangiga qarab 315-540 nm to‘lqin uzunligida ishlash uchun qora rangga moslanadi, 590-980 nm to‘lqin uzunligida o‘lchanadigan eritmalar uchun qizil rangga moslanadi.
3. Mikroampermetr o‘chganligini bilish uchun 5-6 chi tutqichlar to‘xtaguncha chapga buralgan bo‘lishi lozim.
4. Qurilma yoqiladi (tarmoqqa ulanadi, orqa devorning pastki chap burchagidagi tumbler yoqiladi). Bunda cho‘g‘lanma lampa yonadi.
5. Qurilma 15-20 daqiqa davomida qizdirilishi lozim.

II. Eritma optik zichligini o‘lchash.

1. Solishtiruvchi eritma solingan kyuvetani tahlil bajaruvchidan uzoqdagi kyuveta joylashtiruvchi joyga joylanadi. Tekshiriluvchi eritma solingan kyuvetani esa tahlil bajaruvchi o‘ziga yaqin joyga joylaydi.
2. Erituvchi solingan kyuvetani 2- tutqichni chapga burish orqali nur oqimiga to‘g‘rilanadi.
3. Kyuveta bo‘lmasi qopqog‘i yopiladi.
4. Mikroampermetr strelkasi 5-tutqich yordamida pastki shkala bo‘yicha 0 ga keltiriladi. Zarurat tug‘ilgan hollarda 6-tutqichdan foydalaniladi.
5. 2- tutqichni oxirigacha o‘ngga burish orqali nur oqimidan solishtiruvchi eritma solingan kyuvetani tekshiriluvchi eritma solingan kyuvetaga almashtiriladi.
6. Mikroampermetrning pastki shkalasi bo‘yicha o‘lchangan Optik zichlik kattaligini yozib olinadi.
7. Mikroampermetr o‘chiriladi. (5-6 chi tutqichlar chapga buraladi)

Eslatma. Agar mikroampermetr strelkasini 0 ga keltirishni iloji bo‘lmasa fotoelement sezgirligini oshirish lozim. Buning uchun:

- a) Mikroampermetr o‘chiriladi (5-6 chi tutqichlar oxirigacha chapga buraladi)
- b) Fotoelement sezgirligini o‘zgartirish tutqichi (3) ni mos rangdagi 2 raqamiga o‘zgartiriladi.
- v) mikroampermetr strelkasi pastki shkala bo‘yicha 0 ga keltiriladi. (ya‘ni 4- bo‘limdagi ish takrorlanadi.)

Agar shu holatda ham mikroampermetr strelkasi 0 ga kelmasa fotoelement sezgirliyi yana bir bor ko‘tariladi. Ya‘ni **a,b,v** punktlardagi ishlar takrorlanadi, biroq bu safar 3- tutqich mos rangdagi 3 raqamiga to‘g‘rilanadi.

III. Qurilmada ishlashni tugatish

1. Eritmalar kyuvetadan to‘kib yuboriladi.

2. Kyuvetalar tozalangan suv bilan chayib yuboriladi va Petri chashkasiga tubini yuqori qilib joylanadi (Kyuvetalarni tahlil butkul yakunlangach chayiladi. Alohida o'lchashlar orasida chayish kerak emas!).

3. Qurilma o'chiriladi (tumbler o'chiriladi, qurilma tok manbaidan uziladi.).

4. Kyuveta bo'lmasi qopqog'i yopiladi.

Eslatma. KFK-2 qurilmasida ishlash jarayonida quyidagi qoidalarga rioya qilish shart:

1. Qurilmani tarmoqqa ulashdan oldin erga ulanganligini tekshirish lozim

2. Qurilmani maqsadsiz yoniq qoldirmang.

3. Qurilmani toza tuting, reaktivlarni to'kmang

4. Kyuveta bo'lmasi qopqog'ini qattiq yopmang.

5. Ayniqsa kyuvetalar bilan ishlashda ehtiyot bo'ling, ularni tirnamang va faqat toza va yumshoq mato (doka) bilan arting

6. Svetofiltrni almashtirgach 5 daqiqadan oldin tahlilni boshlamang.

7. Svetofiltrlar o'zgartirilayotganda va kyuvetalar almashtirilayotganda mikroampermetr o'chirilgan bo'lishi kerak. (5-6 tutqichlar chapga buralgan holatda bo'lishi kerak)

Svetofiltrni tanlash.

Fotoelektrokolorimetrik tahlil o'tkazishda turli to'lqin uzunligiga ega bo'lgan monoxromatik nurlardan foydalanishni hisobga olish lozim. Polixromatik nurlarni monoxromatik nurlarga o'tkazishda svetofiltirlardan foydalaniladi. KFK-2 asbobida 11ta svetofiltrdan iborat to'plam mavjud. Aniq bir svetofiltrdan foydalanish tekshiriluvchi eritma orqali aniq to'lqin uzunligiga ega bo'lgan hamda tekshiriluvchi modda yutadigan nurni o'tkazish imkonini beradi. Odatda samarali to'lqin uzunligi va svetofiltr rangi qo'llaniladigan usulda keltirilgan bo'ladi. Agar bunday ko'rsatma bo'lmasa kerakli svetofiltrni quyidagi jadval orali tanlash mumkin.

Eslatma.

Ushbu jadval bo'yicha svetofiltr tanlash taxminiydir, chunki ayrim eritmalar bir xil rangga ega bo'lsa ham tanlab turli to'lqin uzunlikdagi nurni yutadi. Shu bois svetofiltr tanlashda tekshiriluvchi moddaning nur yutish spektrini bilgan ma'qul, va svetofiltrni shunday tanlanadiki u modda maksimal darajada yutadigan to'lqin uzunlikdagi nurni o'tkazishi darkor. Shunday qilib svetofiltr tanlanganda tekshiriluvchi moddaning optik zichligi yung yuqori bo'lgan nur optimal to'lqin uzunlikdagi nur hisoblanadi.

Kyuveta tanlash

Ma'lumki eritmaning yorug'lik nuri o'tadigan qatlami qancha qalin bo'lsa yutiladigan nur boylami, hamda tekshiriluvchi eritmaning optik zichligi ham shuncha yuqori bo'ladi. Kolorimetrga ishchi yuzalarining orasidagi masofa bilan farqlanuvchi kyuvetalar to'plami biriktirilgan bo'ladi. Bu masofa kyuvetaning bir ishchi yuzasida ko'rsatilgan bo'ladi. Kyuvetaning yon devorida suyuqlik quyish chegarasi belgilab qo'yilgan. Uchuvchan xususiyatga ega bo'lgan suyuqliklarni tahlil qilishda kyuveta maxsus qopqoqchalar bilan berkitiladi.

Har bir qurilmaga qatlam qalinligi 1 dan 50 mm gacha bo'lgan kyuvetalar biriktirilgan. Kyuveta tanlashda shunga e'tibor qaratish lozimki tekshiriluvchi eritmaning optik zichligi 0,15 dan kam bo'lmasligi va 0,7 dan oshib ketmasligi kerak. Ayni shu oraliqda Buger-Lambert-Ber qonuni amalga oshaadi. Shuning uchun rang intensivligi yuqori bo'lgan eritmalarini tekshirishda qatlam qalinligi kichik bo'lgan, rang intensivligi past bo'lgan eritmalar tahlilida esa qatlam qalinligi yuqori bo'lgan kyuveta tanlanadi.



6-rasm. Har xil qalinlikdagi kyuvetalar

Laboratoriya mashg'ulotini yakunida har bir talaba mustaqil ravishda bajarilgan ishga baho berishi, hamda ishchi daftariga kerakli ma'lumotlarni yozishi kerak.

Maqsadli masalani bajarish uchun tayyorlanishga mo'jallangan savollar.

1. Rangli eritmalarini fotometrik usulda olib boriladigan qanday turlarini bilasiz?
2. Fotoelektrokolorimetrik va spektrofotometrik tahlil usullarining bir – biridan farqi nimada?
3. Fotometriya usuli qaysi qonunga asoslangan?
4. Eritmalarning nur yutish ko'rsatkichi bilan uning konsentratsiyasi qanday bog'liqlikka ega?
5. Eritmalarning nur yutish ko'rsatkichi kyuveta qalinligiga qanday bog'liq?
6. Eritmalarning optik ko'rsatkichi deganda nimani tushunasiz?
7. Rangli eritmalarining optik ko'rsatkichini aniqlashda svetofiltr va kyuvetalar qanday tanlab olinadi?
8. FEK larning qanday turlarini bilasiz?
9. FEK da ish qoidalari nimalardan iborat?

«Vertushka» treningi

Dori vositalarini fotoelektrokolorimetrik usuli bilan aniqlashda, rangli eritmalariga to'g'ri keladigan svetofiltrlarni ko'rsating.

<i>Nº</i>	<i>Dori vositalarining eritmaları</i>	<i>Svetofiltr rangi</i>					
		<i>Binafsha</i>	<i>Ko'k</i>	<i>YAshil</i>	<i>Sariq</i>	<i>Zarg'aldoq</i>	<i>Qizil</i>
1	Riboflavinning suvli eritmasi						
2	KMnO ₄ ning 1% eritmasi						
3	SuSO ₄ ning 10% eritmasi						
4	Barbituratlarining rangli kompleksi						

9- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. FOTOELEKTROKOLORIMETRIK USULDA DORI VOSITASINI MIQDORIY TAHLIL QILISH

Laboratoriya mashg'ulotni olib borish 4 soatga rejalashtirilgan.

Mashg'ulotning maqsadi: – talabalarni dori vositalarining rangli eritmalarini fotokolorimetrik usulda miqdoriy tahlilda qo'llaniladigan turli solishtirish, kalibrlangan chizmasidan foydalanib aniqlash, qo'shib aniqlash, differensialash usullari bilan tanishtirish. Kalibrlash grafigini tuzish. Kalibrlash chizmasiga asosan aniqlanuvchi dori vositasi miqdorini aniqlash. Nur yutish asosiy qonunini qo'llab moddalar nur yutish ko'rsatkichi bo'yicha miqdorini hisoblashni o'rgatish.

Maqsadga yo'naltiruvchi vazifalar: Talabalarni ayrim dori vositalariga fotokolorimetrik usulda miqdoriy tahlili quyidagi usullarda aniqlash:

A) Solishtirish usuli

B) Kalibrlash usuli

V) Qo'shib aniqlash usuli.

Dars o'tish vositalari va ulardan foydalanish usullari: Fanni o'rganishda kompyuter vositalari, standart dasturlar, ko'rgazmali qo'llanmalar va internet materiallari hamda zamonaviy pedagogik texnologiyalar, ya'ni interaktiv usullari qo'llaniladi.

Mashg'ulotni qisqacha mazmuni

Fotometriyada qo'llaniladigan moslamalarga, fotometriyani olib borish sharoitlariga, moddalarni fizik-kimyoviy xususiyatlariga qarab moddalarni nur yutish spektriga asoslanib, ularni konsentratsiyalarini aniqlash turlicha usulda olib boriladi.

Standart va tekshiriluvchi eritmalarining optik ko'rsatkichini bir xil sharoitda o'lchab aniqlanadi.

Fotometriyada moddalarni miqdori quyidagi usullarda amalga oshiriladi:

Solishtirish usuli - bunda tekshiriluvchi hamda standart moddalar rangli eritmalarini bir xil qalinlikdagi kyuvetada optik zichliklari solishtirib aniqlanadi.

Kalibrlash usuli - bunda bir nechta standart, ya'ni ma'lum miqdorda tekshiriluvchi modda saqlagan eritmalarini optik zichliklari aniqlanadi. Olingan natijalar asosida kalibrlash chizmasi chiziladi. Absiss o'qlariga standart eritma konsentratsiyasi ko'rsatkichlari, ordinat o'qiga shu eritmalarini optik zichliklari qo'yiladi. So'ngra tekshiriluvchi modda eritmalarini optik zichliklari aniqlanilib, chizma asosida uni konsentratsiyasi, ya'ni miqdori topiladi. Bu usul ko'p sonli moddalarni eritmalarini aniqlashda qo'llaniladi.

Qo'shib aniqlash usuli. Tekshiriluvchi modda eritmasini optik zichligi o'lchanadi. So'ngra unga modda eritmasidan aniq miqdor qo'shiladi va yana aralashmani optik zichligi o'lchanadi. Tekshiriluvchi moddani noma'lum konsentratsiyasi shu eritmaning optik zichligini aralashma optik zichligi bilan solishtirib aniqlanadi.

Fotokolorimetriya usullarining sezgirligi.

Fotometrik tahlil usulining asosiy ko'rsatkichlaridan biri uning sezgirligidir. Usulning sezgirligi yordamida modda tarkibidagi kichik miqdordagi qoldig'ini (sledov) aniqlashda, sanoatda ishlab chiqarayotgan mahsulotlarni, ayniqsa yarim o'tkazgich materiallarning tarkibini nazorat qilishda keng qo'llaniladi. Usulga qo'yiladigan talablar taqqoslovchi kolorimetrik hamda fotokolorimetrik va spektrofotometrik usullar uchun har xildir.

Taqqoslovchi (vizual) kolorimetrik usulda tekshiriluvchi rangli eritmani, taqqoslovchi moddaning rangiga solishtirib miqdorini aniqlashga asoslanadi.

Fotoelektrokolorimetrik usulda, usulning sezgirligiga asosan izlanuvchi va taqqoslovchi eritmalarining optik ko'rsatkichini taqqoslash yuqori sezgirlikda amalga oshiriladi. Bunda asosan tahlil jarayonida o'zgarmas to'lqin uzunligida kyuvetaning bir xil hajmida olib borish bir xil natijalarni aniqlikda olishga asos bo'ladi. Yana boshqa xatoliklarga olib keladigan sabablardan dastlabki moddaning eritmasini tayyorlash, hamda halaqit beradigan moddalardan tozalash jarayonida bo'lishi mumkin.

Shuning uchun fotometrik usulning sezgirligini xususiyati fotometrik reaksiyalarni hosil bo'lishi va fotometrik usulning o'zini moddaga nisbatan va uning tarkibidagi moddalarni xolatiga bog'liqdir. Fotometrik usulda uning sezgirligiga ijobiy ahamiyatga ega bo'lgan ko'rsatkichlarda quyidagilar inobatga olinadi:

1. Fotometrik reaksiya asosida izlanuvchi va taqqoslovchi modda eritmalarini nur yutish xususiyatini aniqlashda molyar nur yutish koeffitsenti (ϵ) yordamida amalga oshirish yaxshi natijalarga olib keladi.

Fotokolorimetrik usulni amalga oshirishda optimal konsentratsiyadagi eritmani tanlash

Ma'lumki moddalarning konsentratsiyasi bilan yutilgan nurning intensivligi orasida miqdoriy bog'lanish mavjud.

$$S = \frac{D}{\epsilon \cdot l};$$

Aniq to'liq uzunlikda (λ) va kyuvetaning qalanligida (l) tajribaning nisbiy xatoligini qiymati o'zgarmasdir.

SHunga qaramay olib borilayotgan tahlilni sezgirligi oshirish mumkin, agarda differensial fotokolorimetriya usulida amalga oshirilsa. Bunda tekshiriluvchi eritmaning optik ko'rsatkichini aniqlashda erituvchi bilan emas, balki aniq miqdor saqlagan moddaning eritmasi yordamida taqqoslash maqsadga muvofiqdir.

Taqqoslovchi eritmaning konsentratsiyasini (S_k) bu xolatda aniqlanuvchi moddaning konsentratsiyasidan (S_x) kichikroq miqdorda olinishi tavsiya etiladi. ($S_k < S_x$)

Differensial fotokolorimetriyaning xatoligini kamaytirish uchun quyidagilarni inobatga olish kerak:

1. Erituvchining optik ko'rsatkichiga nisbatan tekshiriluvchi moddaning optik ko'rsatkichi yuqori bo'lishi ($D > 0,43$).
2. Taqqoslanayotgan eritmaning optik ko'ratkichi umuman ($D_x = 0$) qiymatga ega bo'lishi maqsadga muvofiq.
3. Nur tushirayotganda modda eritmalarining konsentratsiyasini nur o'tkazishi, standart eritmaning nur o'tkazishidan kam bo'lishi kerak
4. Qo'llanilayotgan kyuvetalarning uzunligida farqi bo'lmasligi.
5. Tekshirilayotgan eritmaning konsentratsiyasini yuqori bo'lishi.

Fotometrik apparatlarni qo'llanishi bilan eritmalarini nur yutish xususiyatini har xil usullar asosida olib boriladi. Unda standart va tekshiriluvchi eritmalarining optik ko'rsatkichini bir xil sharoitda olib boriladi.

Taqqoslash usulidagi kolorimetriya

1. Standart eritmalar yordamida. Buning uchun bir xil kolorimetrik probirkalarga aniq hajmdagi tekshiriluvchi va standart eritmalarining rangini taqqoslash asosida amalga oshiriladi. Unda izlanuvchi eritmaning rangini standart eritma rangiga to'g'ri kelishi uning miqdorini tasdiqlaydi.

2. Kolorimetrik titrlash usulida. Ikkita bir xil hajmdagi probirkaga biriga rangli izlanuvchi eritmadan, ikkinchisiga tozalangan suvdan solinadi. So'ngra tozalangan suv solingan probirkaga byuretka orqali rangli standart eritmadan asta-sekin qo'shib, birinchi probirkadagi eritmani rangiga tenglashtirilguncha qo'shiladi. Aniqlanuvchi eritmadagi modda miqdorini, tozalangan suvga qo'shilgan eritmaning miqdori bilan aniqlab olinadi.

3. Tenglashtirish usulida. Eritmadagi moddani miqdorini aniqlashda tekshiriluvchi va standart eritmalarining rangini tenglashtirish yordamida amalga oshiriladi.

A) Solishtirish usulida. Ikkita bir xil hajmdagi probirkaga standart va tekshiriluvchi rangli eritmalaridan solib, so'ngra rangi to'q bo'lgan probirkadagi eritmani tozalangan suv yordamida ikkinchi probirkani rangigachan tenglashtiriladi. Izlanuvchi eritmadagi moddaning miqdorini quyidagi tenglama asosida hisoblab olinadi.

$$q_x = q_{st} \frac{V_x}{V_{st}} \text{ yoki } q_x = q_{st} \frac{h_x}{h_{st}}$$

q_{st} – standart eritmadagi moddaning miqdori

V_x, V_{st} – izlanuvchi va standart eritmalarining hajmi yoki

h_x va h_{st} – probirkadagi izlanuvchi va standart eritmalarining hajmini balandligi.

Spektrofotometriya va fotokolorometriya usullarida moddalar miqdorini aniqlash uchun shu moddalarni eng kam miqdori bilan rangli eritma hosil qilishi uchun qo'llaniladigan kimyoviy reaksiyalarni ob'ektiv baholash lozim bo'ladi. Buning uchun molyar nur yutish ko'rsatkichlarini E_{max} aniqlanadi va shu qiymatlardan foydalaniladi.

$$S_{min} = \frac{D_{min}}{E_{max} \cdot \lambda_{max}}$$

Shu formula asosida E_{max} (molyar konsentratsiyadagi spektrofotometriya usulida qo'llash uchun moddaning eng kichik miqdorini aniqlash mumkin.

Agar $D = 0,001$, $l = 1 \text{ sm}$, $E_{max} = 100000$ deb qabul qilinsa u xolda

$$S = \frac{1 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^5} = 1 \cdot 10^{-8} \text{ mol/l bo'ladi.}$$

4. Agar l ni 10 sm gacha oshirsak sezgirlikni 10 marta oshirish mumkin, demak $S_{min} = 1 \cdot 10^{-9} \text{ mol/l bo'ladi.}$

5. Xrzirogi zamon fotokolorimetriyalarida aniqlash aniqlik darajasi $D_{min} - 0,01$ ga yaqin qiymatga ega. Rangli eritmalarida molyar yutish koeffitsienti (E) ning qiymati 50000 dan oshmaydi va shunga ko'ra S_{min} qiymati $1 \cdot 10^{-7} \text{ mol/l}$ gacha ($l = 1 \text{ sm bo'lganda}$) kamayadi.

6. Reaksiya sezgirliigi faqat minimal konsentratsiyam emas, balki aniqlash minimumini xarakterlaydi, yani ma'lum bir sharoitda moddani reaktivlar bilan hosil qiladigan reaksiya mahsulotlarni aniqlash uchun ketgan eng kam miqdoriga aytiladi. L.B.Ginzbur va YU.Lure, hamda Sendal shuni ko'rsatkdilardi, rangli reaksiya sezgirliigi optik zichligi $D = 0,01$ ga teng bo'lgan 1 sm^2 ko'ndalang kesimli eritmaning rangli eritmaga aylantirilgan tekshiriluvchi eritma mikrogramm ($\text{mkg} = 1 \cdot 10^{-6} \text{ g}$) qiymati bilan ifodalangan (rangli reaksiyaning shartli sezgirliigi).

7. Ko'pgina rangli reatsiyalarning minimum sezgirliigi spektrofotometrik va fotometrik usullarni aniqlashda $0,01-0,001 \text{ mkg/sm}^2$ oralig'ida bajariladi.

8. Moddalar eritmasini nur yutish xususiyatini tahlil qilishda quyidagi xatoliklar uchrashi mumkin.

1. Ayrim xolatlarda rangli eritmalar dissotsiatsiyaga yoki polimerlanishga, erituvchilar bilan birikishi yoki tarkibidagi mavjud boshqa moddalar bilan (masalan: tuzlar, kislotalar va asoslar), natijada rangli eritmalarini nur yutish xususiyati o'zgarishi mumkin.

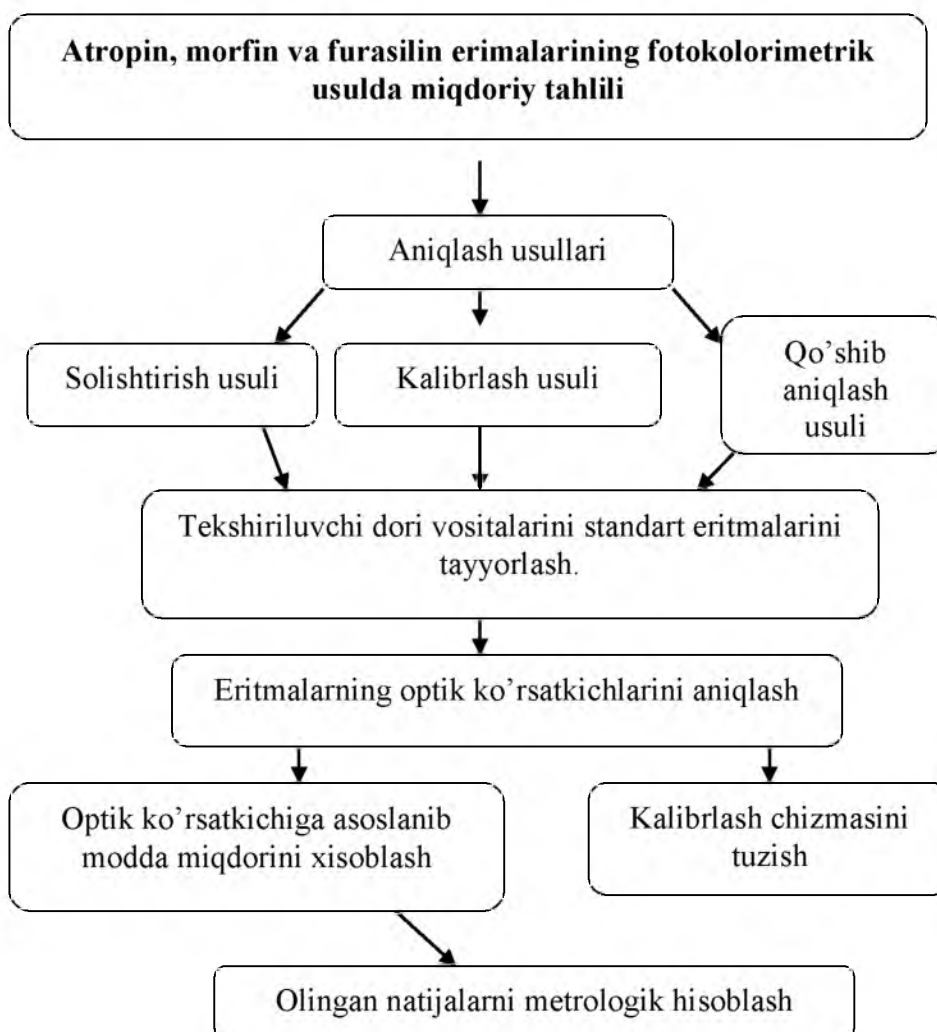
2. Natijada izlanuvchi moddaning optik ko'rsatkichi o'zgrishi, hamda optik ko'rsatkichni modda eritmasining konsentratsiyasiga bog'liq xolati, ya'ni Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysinmasligi kuzatiladi.

3. Kolorimetrik tahlil uchun hosil qilingan rangli eritma ma'lum rn sharoitda, aniq rang hosil qiluvchi reaktiv miqdorida va hosil bo'lish oralig'i, hamda aniq xarorat jarayonida olib borishni talab etiladi. Masalan: ayrim modda eritmalar turg'un emas, havodagi kislotrod ta'sirida oksidlanishi, yorug'lik ta'sirida parchalanishi, yoki kogulyasiyaga uchrashi mumkin. Bunday xolatlarda yangi tayyorlangan reaktiv eritmalaridan, hamda eritmadagi moddani turg'unligini oshirish uchun stabilizatorlardan foydalanishni talab etadi yoki himoyachi kolloidlardan jelatina, kraxmallardan foydalaniladi.

4. Ko'proq kolorimetrik tahlilni olib borishda begona moddalar rang hosil qilishda xalaqit qilishi mumkin. Bunday xolatlarda niqoblash usullaridan foydalaniladi. Ular oksidlanish-qaytarish, kompleks birikma hosil qilish yoki ekstraksiya jarayonlari asosida amalga oshiriladi. Ayrim xolatlarda nur yutish oralig'ini o'zgartirish asosida, ya'ni xalaqit qiladigan moddani nur yutmaydigan oralig'ida aniqlashni olib borish tavsiya etiladi.

Fotometriya usulining oddiyligi, universalligi va tez olib borilishida nur yutishiga asoslanib moddani hamda tarkibidagi chiqindi moddalarni qoldig'ini ($10^{-6}\%$) gacha aniqlashni olib borilishi mumkin. Ayniqsa sanoatda po'latni, ayrim rangli qotishmalarni va qora metallarni, yarim-o'tkazgichlarni, har xil modda eritmalarini, suv xavzalaridagi suvlarni sifatini aniqlashda keng qo'llanilmoqda.

MASHG'ULOT OLIB BORISH REJASI



Amaliy mashg'ulotni bajarish uchun uslubiy yo'llanmalar.

Ushbu amaliy mashg'ulot atropin, morfin va furatsilinni dori shakllaridan fotokolorimetrik usulda miqdorini aniqlashga bag'ishlanadi.

Eritmalar konsentratsiyasini optik zichlik bo'yicha aniqlash

Rangli eritma konsentratsiyasini optik zichlik bo'yicha aniqlashni ikki xil usulda olib borish mumkin. Standart eritmaning optik zichligi bilan solishtirish orqali, yoki, yanayam aniqroq natijaga erishish uchun kalibrovka grafigini tuzish orqali. Bu holatda tekshiriluvchi eritmadan bir qator turli aniq konsentratsiyada tayyorlanadi (standart eritmalar) ularda kerakli kimyoviy reaksiyalar bajariladi va FEKda optik zichliklari o'lchanadi. Olingan natijalar abssissa o'qiga tmodda konsentratsiyasini, ordinata o'qiga mos optik zichlikni qo'yish orqali grafik tarzida ifodalanadi. Tekshiriluvchi eritmaning optik zichligini aniqlangach kalibrovka grafigi orqali eritmadagi modda miqdori topiladi.

Bajarilgan tahlil natijalari jadval ko'rinishida ifodalanadi.

<i>To'lqin uzunligi</i>	<i>svetofiltr rangi</i>	<i>E Havorang eritma</i>	<i>E sariq eritma</i>

--	--	--	--

Xulosalar:

Atropin sulfatni 0,1% li in'eksion eritmasi miqdorini aniqlash.

Tarkibi. Atropin sulfat 1 gr

0,1 m xlorid kislotasi eritmasi 10 ml

in'eksion suv 1 l gacha

Tayyorlangan eritma maxsus filtrlarda filtrlangan normal muhitli shisha ampulalariga 1 ml dan quyiladi va 100° S da haroratda 30 daqiqa davomida sterillanadi.

Miqdoriy tahlili: 1 ml eritmani ajratgich varonkasiga solib, 3 ml rN=5,8 bufer eritmasidan va 1 ml 1% natriy pikrati eritmasidan qo'shib xloroform bilan ekstraksiyalanadi. Xloroformli ajralma suvsiz natriy sulfat saqlagan filtrdan filtrlab o'tkaziladi va filtr 3 ml xloroform bilan tomchilab yuviladi. Umumlashtirilgan xloroformli ajralmaga 10 ml suv qo'shiladi. Xloroform issiq havo oqimida porlatiladi. Suvli eritma 50 ml hajmli o'lchov kolbasiga solinadi va o'lchov chizig'igacha suv quyiladi. Bitta probirkaga 3,5 ml pikrin kislotasini standart eritmasidan, boshqasiga esa 5 ml tekshiriluvchi eritmadan solinadi.

Probirkalardagi suyuqliklar hajmi 8 ml gacha suv qo'shib chayqatiladi va 2 ml 4% li sulfid natriy eritmasi qo'shib yana chayqatiladi, so'ngra qaynayotgan suv hammomida 10 daqiqa isitiladi. Sovitilgach eritmalarini optik ko'rsatkichi 20 mm qalinlikdagi kyuveta yordamida ko'k svetofiltrda o'lchab olinadi. Solishtiruvchi eritma tozalangan suv.

Atropin sulfat miqdori formula bo'yicha aniqlanadi

$$X = \frac{D_1 \cdot 0,0007 \cdot 1,517}{D_0}$$

Bu erda: D_1 - tekshiriluvchi eritma optik ko'rsatkichi

D_0 - standart eritma (pikrin kislota) optik ko'rsatkich

1,517 – hisoblash koeffitsenti (atropin sulfatga nisbatan pikrin kislotasi)

1 ml eritmada 0,0009 – 0,0011 g. gacha atropin sulfati bo'lishi kerak.

Furatsilinni miqdoriy tahlili

0,1 gr (aniq miqdor) furatsilinni 500 ml hajmli o'lchov kolbasida eritiladi. SHliflangan qopqoqli 30ml hajmli idishga 5ml yuqoridagi eritmadan solib, hajmi 8,5 ml bo'lguncha suv qo'shib aralashtiriladi va 1,5 ml 0,1 m natriy ishqori eritmasidan qo'shiladi. YAxshilab aralashtirilgach hosil bo'lgan rangning optik ko'rsatkichini 10 mm qalinlikdagi kyuveta yordamida yashil svetofiltrda fotokolorimetrda o'lchab olinadi. Solishtiruvchi eritma tayyorlash uchun 8,5 ml suv olib ustiga 1,5 ml ishqor eritmasini qo'shib yaxshilab aralashtirib, kalibrlash chizmasi yordamida hisoblanadi.

Kalibrlash chizmasini tuzish uchun 0,1000 g furatsilinni 500 ml hajmli o'lchov kolbasida suv bilan eritiladi (etalon 1 eritma) 5 ta shlifli qopqoqli o'lchov probirkasiga quydagi tartibda 0,6 0,8 1,0 1,2 1,4 ml aniq o'lchangan etalon eritmasidan solib, har birining hajmi 8,5 ml bo'lguncha tozalangan suvdan quyib aralashtiriladi va har biriga 1,5 ml dan 0,1 m natriy ishqori eritmasidan qo'shib yaxshilab aralashtiriladi va rangli eritmalarini optik ko'rsatkichini yuqoridagi sharoitda o'lchab olinib, natijalar asosida kalibrlash chizmasi chiziladi.

Maqsadli masalani bajarish uchun tayyorlanishga mo'ljallangan savollar

1. Fotokolorimetriya usuli qanday qonunga asoslangan?
2. Nur yutish nima?
3. Standart eritmalar va ularni tayyorlash?
4. Modda konsentratsiyasi, nur yutish ko'rsatkichi va qatlam qalinligi orasida qanday bog'liqlik bor.
5. Solishtirish usulida modda miqdorini qaysi formulaga asoslanib aniqlanadi?
6. Qo'shib aniqlash usulida modda miqdori qanday aniqlanadi?
7. Ekstraksion - fotometriya qanday usul?

«Bumerang» treningi

Talabalar bir nechta kichik guruhlariga bo'linadi va vazifa yozilgan materiallar tarqatiladi, har bitta guruh o'z fikrlarini bayon qiladi hamda guruhlar orasida savol javob ketadi.

I – guruh vazifasi

- 1) FEK usulida furatsillinni miqdoriy tahlili.
- 2) Preparat haqida qisqacha ma'lumot.

II – guruh vazifasi

- 1) FEK usulida morfin gidroksloridni miqdoriy tahlili.
- 2) Morfin gidroksloridi haqida ma'lumot.

III – guruh vazifasi

- 1) FEK usulida atropina sulfatni tahlili.
- 2) Atropina sulfat haqida ma'lumot.

10-LABORATORIYA MASHG'ULOTI. UB-SPEKTROFOTOMETRIK USULDA DORI VOSITASINING CHINLIGINI ANIQLASH

Laboratoriya mashg'ulotining davomiyligi 4 soat.

O'qitish maqsadi: Talabalarni dori vositalarining chinligini spektrofotometrik usulda aniqlashga o'rgatish.

Maqsadga yo'naltiruvchi vazifalar. Talabalar dori vositalari eritmalarining optik ko'rsatkichini xar xil to'lqin uzunligida mustaqil ravishda aniqlashlari kerak. Shunga ko'ra, olingan ko'rsatkichlar asosida nur yutish spektri tuzib, so'ngra o'ziga xos to'lqin uzunligini borligini (λ) aniqlab va uni adabiyotlarda keltirilgan ma'lumotlar bilan solishtirishlari kerak.

Talabalarni ba'zi dori vositalarining nur yutish spektri bo'yicha aniqlash usuli bilan tanishtirish.

1. novokain
2. atsetazolamid
3. furosemid

Laboratoriya mashg'ulotining qisqacha mazmuni

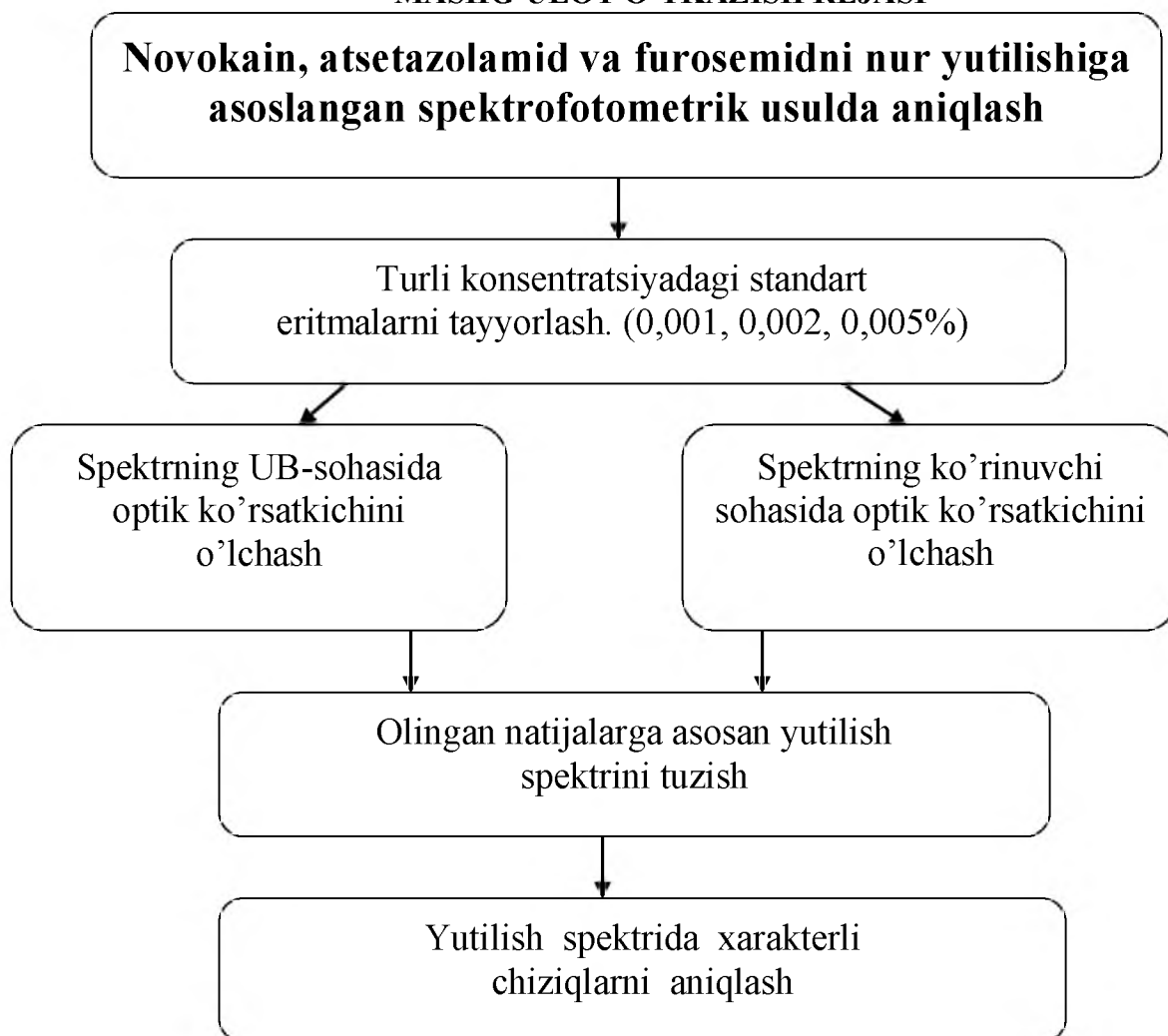
Spektrofotometrik tahlil fotometriya usullaridan biri hisoblanadi. Biroq spektrofotometriya tahlilida eritmalarining nur yutish ko'rsatkichlarini aniqlashda monoxromatik nur orqali xam ko'rinuvchi, hamda unga yondosh spektrning UB va IQ sohalarida o'lchanadi. Spektrofotometriyada nur yutilishining to'lqin uzunligiga bog'liqligi moddaning nur yutish spektri deyiladi.



1-rasm. Spektrofotometr – Agilent 8354 va uning kyuvetasi.

Nur yutish spektri grafik ko'rinishda bo'lib, ma'lum chiziqlar soni bilan xarakterlanadi. Yutilish spektri berilgan modda uchun o'ziga xos (individual) hisoblanadi. Nur yutuvchi moddalarning sifat tahlili yutilish spektrini o'rganishga asoslangan.

MASHG'ULOT O'TKAZISH REJASI



Amaliy mashg'ulotni o'tkazish uchun uslubiy ko'rsatma

Ushbu amaliy mashg'ulot novokain, atsetazolamid va furosemidlarning yutilish spektrlari bo'yicha aniqlashga bag'ishlanadi.

Moddaning nur yutishi bo'yicha tahlilida to'liq uzunligini tanlash. Eritmalarning optik ko'rsatkichini tekshiriluvchi eritmaning maksimum nur yutishiga mos bo'lgan to'liq uzunligida o'lchash lozim. Bunda o'lchash sezgirligi va aniqligi maksimal bo'ladi. Maksimum nur yutilishiga mos to'liq uzunligida (D) ko'rsatkich eng yuqori bo'ladi. Tegishli to'liq uzunligidagi monoxromatik nur bo'lagi spektrofotometrda monoxromator yordamida uzatib beriladi.

Tekshiriluvchi modda konsentratsiyasini tanlashda eritmalarning optik ko'rsatkichi 0,2 dan 1,0 gacha bo'lgan chegara oralig'ida bo'lishi lozim (optimal optik ko'rsatkich 0,434 ga teng).

Solishtiruvchi eritma. Eritmaning optik ko'rsatkichi additiv kattalik bo'lib, ya'ni tegishli to'liq uzunligida nur energiyasini yutuvchi eritmadagi komponentlar optik ko'rsatkichlari yig'indisiga teng. Shuning uchun aralashmadagi faqat bir moddaning optik ko'rsatkichini o'lchashda bir kyuvetaga tekshiriluvchi eritma solinib, boshqa kyuvetaga esa tekshiriluvchi eritmada bo'lgan xamma komponentlardan iborat (faqat aniqlanuvchi moddadan tashqari) eritma (o'shancha miqdordagi) solinadi.

Ikkinchi kyuvetaga solingan eritma solishtiruvchi eritma yoki nol eritma deyiladi. Shunday qilib, tekshiriluvchi moddalarning optik ko'rsatkichlarini o'lchashda solishtiruvchi eritmaga nisbatan o'lchanadi.

UB-sohasidagi spektrometriya usuli va uning asosiy qonunlari bilan tanishilgandan so'ng talabalar novokain, atsetazolamid va furosemidning standart eritmalarini tayyorlaydilar (1 ml da 1 mg modda saqlagan).

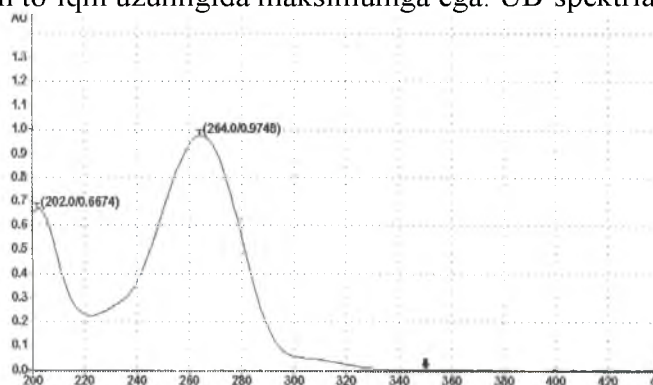
Novokainni spektrofotometrik usulda aniqlash.

Novokainning standart eritmasini tayyorlash uchun analitik tarozda uning 0,1 g miqdori tortib olingan qism ozgina tozalangan suvda eritiladi. So'ngra kolbada suyuqlik hajmi belgisigacha (100 ml) etkaziladi. Bu standart eritmadan suyultirish orqali konsentratsiyasi 30-40 mkg/ml bo'lgan novokain eritmasi tayyorlanadi va 220 dan 400 nm gacha to'liq uzunligi oralig'ida shu eritma yutilish spektri o'lchanadi.

Keyin olingan natijalar bo'yicha yutilish spektri chiziladi va novokain eritmasining maksimum nur yutilishi topiladi. Keltirilgan adabiyotlarga ko'ra bu ko'rsatkich 290 nm ga teng to'liq uzunligiga tegishli.

Atsetazolamidni spektrofotometrik usulda aniqlash

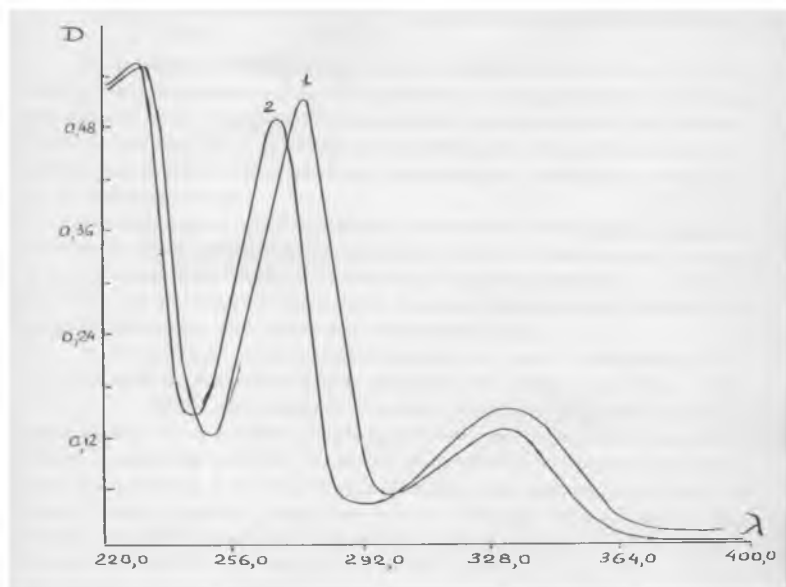
Atsetazolamidning (20 mkg/ml) standart eritmasini tayyorlash uchun etil spirti olish mumkin. Analitik tarozda 2 mg atsetazolamid tortib olib, 100 ml o'lchov kolbasiga solinadi. Avval oz miqdordagi erituvchida eritib, so'ngra qolgan erituvchi o'lchov belgisigacha quyiladi. Olingan eritmaning yutilish spektri 200dan 400 nm gacha bo'lgan diapazonda o'lchanadi. Atsetazolamidning etil spirtidagi eritmasi 264 nm to'liq uzunligida maksimumga ega. UB-spektrlari 7-rasmda keltirilgan.



7-rasm. Atsetozalamidning etil spirtidagi UB spektrlari.

Furosemidni spektrofotometrik usulda aniqlash

Furosemidning standart eritmasini tayyorlash uchun turli erituvchilar olish mumkin (0,02 n natriy ishqori eritmasi, etil spirti). Analitik tarozda 0,1 g furosemid tortib olib, 100 ml o'lchov kolbasiga solinadi. Avval oz miqdordagi erituvchida eritib, so'ngra qolgan erituvchi o'lchov belgisigacha quyiladi. Olingan eritmaning yutilish spektri 220dan 400 nm gacha bo'lgan oralig'ida o'lchanadi. Furosemidning etanoldagi eritmasi 3 ta maksimumga ega: 225, 274, va 330 nm. UB-spektrlari 8-rasmda keltirilgan.



8-rasm. Furosemid (1) va 4-xlor-5- sulfamoilantranil kislota(2)larining UB-spektrlari

MAQSADLI VAZIFALARNI BAJARISH UCHUN MUSTAQIL TAYYORLANISH BO'YICHA SAVOLLAR.

1. Molyar va solishtirma nur yutish ko'rsatkichlari deb nimaga aytiladi?
2. Spektrofotometriya usuli qaysi qonunga asoslanadi?
3. Nur yutish spektri nimani bildiradi?
4. Nur yutish spektrini qanday parametrlar belgilaydi?
5. Nur yutish spektrdagi nimani ko'rsatadi?
6. Molyar va solishtirma nur yutish koeffitsientlarini hisoblash usullari.
7. Molyar va solishtirma nur yutish koeffitsientlar kattaligiga ta'sir etuvchi omillar.
8. Solishtiruvchi eritma nima?
9. SF larning qanday turlarini bilasiz?
10. SF-16, SF-46 spektrofotometrlari yordamida optik ko'rsatkichini o'lchash qoidalari.

«VERTUSHKA» TRENINGI

Bu usulda talabalar ikki guruhlariga bo'linadilar, har bir guruhga bir xil jadval beriladi. Talabalar jadvalni mustaqil to'ldiradilar, so'ngra bu jadval 3-5 marta boshqa guruhga aylana bo'yicha o'tadi. Talabalar yana fikrlarini bildiradilar. Oxirida o'qituvchi yordamida berilgan jadvaldagi vazifa munozara jarayonida umumlashtirib, to'g'ri javob aniqlanadi.

№	<i>Guruh hosilalari</i> <i>Preparat nomi</i>	Benzotio -diazin	Sulfomoi- antranil kislota	Tiodiazol	p-aminobenzoy kislota	Furan
1	Furosemid					
2	Novokain					
3	Gidroxlortiazid					
4	Atsetazolamid					
5	Furosemid					

11-LABORATORIYA MASHG‘ULOTI. UB-SPEKTROFOTOMETRIK USULDA DORI VOSITASINING MIQDORINI ANIQLASH

Darsning davomiyligi 4 soat.

O‘qitish maqsadi: Talabalarni spektrofotometri usulda miqdorini aniqlash turlari bilan tanishtirish: taqqoslash usuli, kalibrlash usuli, qo‘shish usuli, differensial usul.

Maqsadga yo‘naltiruvchi vazifalar: Ba’zi bir dori vositalarining miqdoriy tahlilini spektrofotometrik usulda bajarish:

- A) Taqqoslash usuli
- B) Kalibrlash usuli
- V) Qo‘shish usuli

Aniqlanuvchi moddaning standart va boshlang‘ich eritmalarini tayyorlash. Kalibrli chizmani tuzish. Buger-Lambert-Ber qonunidan kelib chiqqan holda moddalar miqdorini hisoblash.

Mashg‘ulotning qisqacha mazmuni

Monoxromatik nurlanish asosida moddalarning nur yutilishini o‘lchash usuli hisoblangan spektrofotometriya fotokolorimetriya usulidan farqlanib, unga nisbatan katta imkoniyatlarga ega. Bunda yuqori nur yutilishiga tegishli to‘lqin uzunligida katta aniqlik bilan o‘lchanadi.

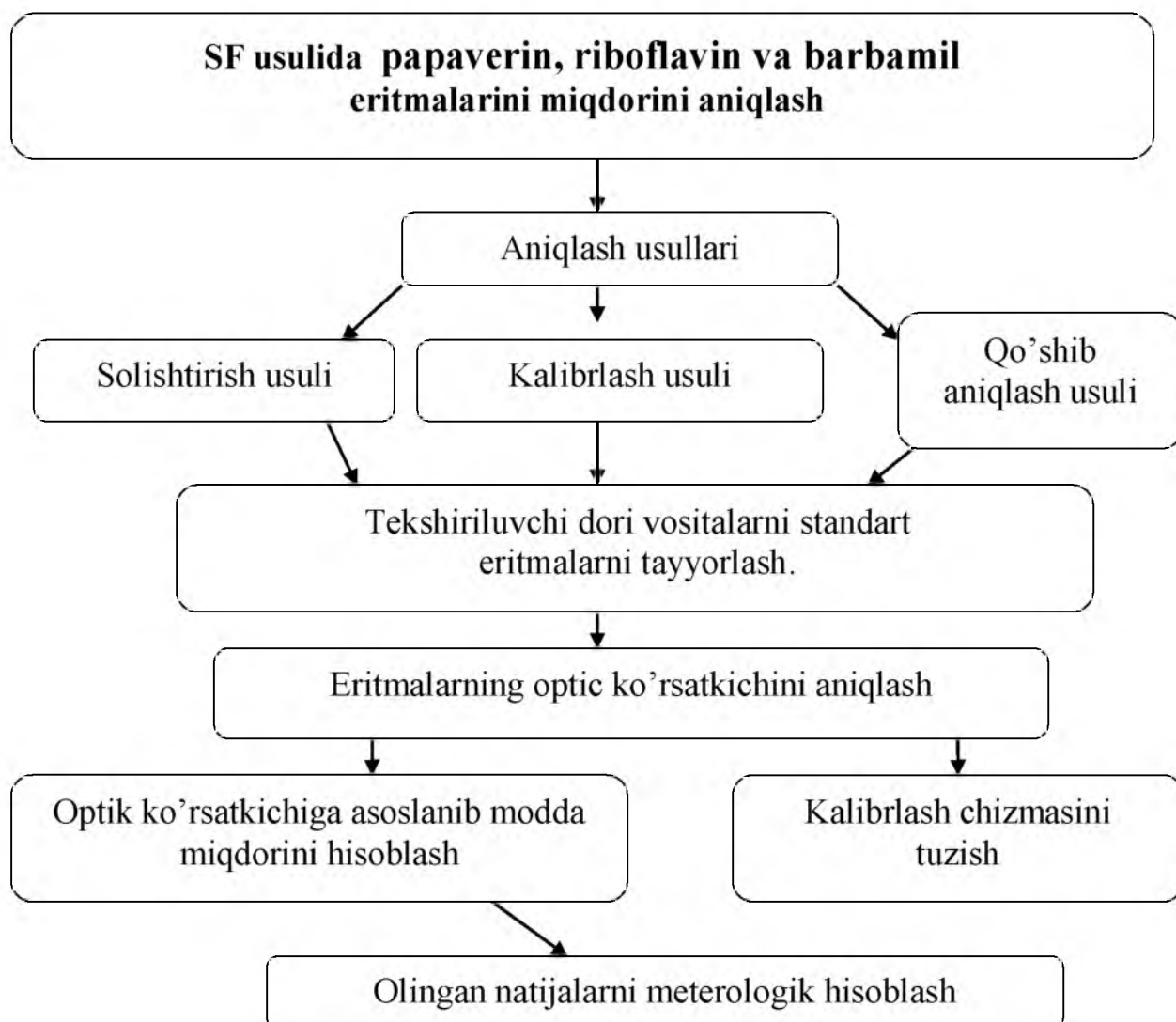
Spektrofotometrik tahlillarda asosan quyidagi usullardan foydalaniladi.

1. Solishtirish usuli,
2. Absolyut Kalibrlash (chizma grafigi) usuli,
3. Qo‘shish usuli, qo‘shib aniqlash usuli

Talabalar tekshiriluvchi namunalar olishadi: papaverin, riboflavin va barbamil eritmaları.

Spektrofotometr yordamida tekshiriluvchi eritmalar optik ko‘rsatkichlarini o‘lchaydilar. Papaverin uchun 310 nm , riboflavin uchun 267 nm va barbamil uchun 240 nm to‘lqin uzunliklarida tekshirish olib boriladi.

MASHG'ULOT O'TKAZISH REJASI



Amaliy mashg'ulotni o'tkazish uchun uslubiy qo'llanma

Ushbu amaliy mashg'ulot dori shakllari tarkibidan papaverin, riboflavin va barbamilni spektrofotometrik usulda aniqlashga asoslangan (tabletkalar, in'eksion eritmalar).

Qandaydir moddani spektrofotometrik usulda miqdorini aniqlash uchun shu moddaning eritmaları izlanuvchi konsentratsiya chegaralarida Buger - Lambert – Ber qonuniga bo'ysungan holdagina qo'llash mumkin. Bu savolga javob berish uchun ma'lum konsentratsiyadagi modda saqlagan qator standart eritmalar tayyorlanadi va xar biri uchun optik ko'rsatkichi (D) kattaligi aniqlanadi. O'lchash eritmaning nur yutishi maksimal bo'lgan spektr sohasida olib boriladi.

So'ngra olingan ma'lumotlarga asosanib, hamda tekshiriluvchi moddaning optik ko'rsatkichi kattaligi bo'yicha modda miqdori hisoblanadi.

UB-spektrni chizish uchun o'lchash natijalari. Papaverin gidroxlorig 1 ml eritmada 0,00004 g saqlanadi.

To'lqin uzunligi λ	Optik ko'rsatkichi D
265	0,55
267	0,48
279	0,46
274	0,50

280	0,54
284	0,57
290	0,54
295	0,58
300	0,65
305	0,71
310	0,73
315	0,68
320	0,63
330	0,58
340	0,49
350	0,25
370	0,05

Papaverin gidroxloridning maksimum nur yutilishi 310 nm da solishtirma nur yutish ko'rsatkichini hisoblash kerak. Hisoblash quyidagi formula bo'yicha olib boriladi:

$$E_{lcm}^{1\%} = \frac{D}{C \cdot l}$$

Bu erda S- tekshiriluvchi modda konsentratsiyasi, (100 ml da g miqdorda);

l - qatlam qalinligi, sm;

D – tekshiriluvchi eritmaning optik ko'rsatkichi;

Nur yutilishining molyar koeffitsientini solishtirma nur yutish koeffitsienti bo'yicha quyidagi formuladan foydalanib hisoblash mumkin:

$$\epsilon = E_{lcm}^{1\%} \cdot \frac{M}{10}$$

Bu erda $E_{lcm}^{1\%}$ – solishtirma nur yutish koeffitsienti;
M – tekshiriluvchi modda molyar massasi.

Papaverin gidroxloridning solishtirma nur yutish ko'rsatkichini aniqlash jadvali

A eritma olingan, ml	Suyultirish hajmi, ml	Konsentratsiya g/100 ml	310 nm. dagi optik ko'rsatkichi	$E_{lcm}^{1\%}$
5	200	0,0005	0,105	210,0
5	100	0,0010	0,211	211,0
15	200	0,0015	0,317	211,3
10	100	0,0020	0,422	211,0
25	200	0,0025	0,528	211,2
15	100	0,0030	0,633	211,0
35	200	0,0035	0,743	211,2

Riboflavinni miqdoriy aniqlash

0,06 g preparatni (a.t.) 1000 ml hajmli o'lchov kolbasida 2 ml sirka kislota(muz.) va 500 ml suv aralashmasida suv xammomida qizdirib eritiladi. Eritma sovutilib va uning hajmi belgisigacha suv bilan etkaziladi.

Bu eritmaning 10 ml ni 100 ml hajmli o'lchov kolbasiga o'tkaziladi, ustiga 0,1 mol natriy atsetat eritmasidan 3,5 ml qo'shiladi va eritmaning hajmini belgisigacha suv bilan keltiriladi. Olingan eritmaning optik ko'rsatkichi spektrofotometrda 1 sm qatlam qalinligiga ega bo'lgan kyuvetada 267 nm da o'lchanadi.

$$X = \frac{D \cdot 1000}{A \cdot 850}$$

Bu erda **D** – tekshiriluvchi eritma optik ko'rsatkich;

A – modda gramm miqdori;

850 – toza riboflavinning 267 nm to'lqin uzunlikdagi solishtirma nur yutish ko'rsatkichi (

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$).

Preparatdagi riboflavinning quruq moddaga nisbatan miqdori 98,0-102,0% bo'lishi kerak.

Barbamilni spektrofotometrik usulda aniqlash

Natriy tetraboratning to'yingan eritmasi va 0,3n ishqor eritmasidan tashkil topgan aralashmada (3:1) barbamil eritmasi tayyorlanadi. Spektrofotometr yordamida 240 nm da tekshiriluvchi barbamil eritmalarining optik ko'rsatkichlari o'lchanadi. Tekshiriluvchi eritmalar konsentratsiyasi solishtirma nur yutish koeffitsienti va kalibrlash chizmasi orqali hisoblanadi. Tekshirish uchun 3 ta parallel tajriba qilinadi.

Kalibrlash chizmasini chizish. Kalibrlash chizmasini chizish uchun natriy tetraboratning to'yingan eritmasi va 0,3n ishqor eritmasidan tashkil topgan aralashmada (3:1) barbamilning standart eritmasi (1 ml da – 1mg) tayyorlanadi. Standart eritmada yuqorida ko'rsatilgan aralashma bilan suyultirish orqali past konsentratsiyadagi eritmalar olinadi (0,2; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 va 4,0 mg -100 ml da). So'ngra xar bir eritmaning optik ko'rsatkichini 240 nm to'lqin uzunligida o'lchanadi. Natijalarni talabalar o'z kundaliklariga jadval ko'rinishida yozib oladilar.

Barbamil eritmalarining optik ko'rsatkichini konsentratsiyaga bog'liqligi

Barbamilning miqdori (mg - 100 ml da)	Optik ko'rsatkich		
	D₁	D₂	D₃
0,2	0,071	0,074	0,073
0,4	0,168	0,160	0,153
0,5	0,195	0,197	0,195
0,6	0,235	0,235	0,236
0,6	0,316	0,316	0,315
1,0	0,390	0,290	0,392
1,5	0,590	0,592	0,590
2,0	0,780	0,780	0,782
2,5	0,980	0,980	0,978
3,0	1,175	1,178	1,175
4,0	1,600	0,615	0,610

Olingan natijalar bo'yicha kalibrlash grafigi chiziladi. Absiss o'qiga barbamil eritmalarining konsentratsiyasi va ordinata o'qiga optik ko'rsatkichi qo'yiladi.

NAZORAT SAVOLLARI:

1. Rangsiz eritmalarini spektrofotometrik aniqlashning o'ziga xosligi.
2. Monoxromatik nur nima?
3. Spektrofotometrik usul tahlilining FEK dan afzalligi.
4. To'liq uzunligi nima? UB- va IQ- spektrlar sohalarida u qanday birliklarda belgilanadi?
5. Xromofor nima? Auksoxromlarchi?
6. Tekshiriluvchi moddalar konsentratsiyasini hisoblash formulasi.
7. Kalibrlashdagi egrilik va kalibrlash chizmasi nima?
8. Tekshiriluvchi moddalar eritmalaridagi nur yutilishining Buger-Lambert-Ber qonuniga bo'ysinuvchi konsentratsiya chegaralari qanday aniqlanadi?

«BUMERANG» TRENINGI

Talabalar bir nechta kichik guruhlariga bo'linadi va vazifa yozilgan materiallar tarqatiladi, har bitta guruh o'z fikrlarini bayon qiladi hamda guruhlar orasida savol javob ketadi.

I – guruh vazifasi

SF usulida papaverina gidroxloridni miqdoriy tahlili.
Preparat haqida qisqacha ma'lumot.

II – guruh vazifasi

SF usulida riboflavinni miqdoriy tahlili.
Riboflavin haqida ma'lumot.

III – guruh vazifasi

SF usulida barbamilni tahlili.
Barbamil haqida ma'lumot.

Talabalar dori vositalari eritmalarining optik ko'rsatkichini xar xil to'liq uzunligida mustaqil ravishda aniqlashlari kerak. Shunga ko'ra, olingan ko'rsatkichlar asosida nur yutish spektri tuzib, so'ngra o'ziga xos to'liq uzunligini borligini (λ) aniqlab va uni adabiyotlarda keltirilgan ma'lumotlar bilan solishtirishlari kerak.

Talabalarni ba'zi dori vositalarining nur yutish spektri bo'yicha aniqlash usuli bilan tanishtirish.

4. novokain
5. atsetazolamid
6. furosemid

12- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. INFRAQIZIL SPEKTROSKOPIYA USULIDA DORI VOSITASINI TAHLILINI AMALGA OSHIRISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

- 1) Infraqizil spektroskopiya usuli, nazariy asoslari va zaharli moddalar tahlilida qo'llash.
- 2) Infraqizil spektroskoplar va ularning tuzilishi
- 3) IQ-spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni ИҚ - спектроскопия usuli dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

ИҚ - спектрометрнинг tuzilishi va spektrlar olish sharoitlari bilan usullari bilan tanishtirish.
ИҚ - спектроскопия usuli va unda qo'llaniladigan qurilmalarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari, spektrlar olish sharoitlari bilan tanishtirish. Айрим функционал гурухлар спектрлари

характеристикаси. ИҚ - спектрал таҳлил усулини дори моддалар таҳлилида қўллашни ўрганиш.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Infraqizil spektroskop, filtr qog'ozi, varonka, reaktivlar, probirkalar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

ИҚ- спектроскопиянинг қўлланилиши

1. Моддаларни сифатини аниқлаш учун.

Масалан: синтезланган моддани, аниқ намуна билан солиштириш орқали аниқлаш.

2. Аниқланувчи модда функционал гурухлари берган спектр частота характеристикаларига асосланиб, модда молекуласи тузилишини аниқлаш.

3. Интенсивликнинг концентрациясига боғлиқлик чизмасига асосланиб, фармацевтик дори воситалари миқдорини аниқлаш.

4. Моддалар таркибидаги атом ва молекулаларнинг ўзаро таъсирларини (водород боғланиш, координацион боғланиш кабиларни) ўрганиш.

ИҚ-спектроскопияда моддаларни вақт бирлигида молекуладаги инерцияси аниқланади. Моддалар атомлари массасини билган ҳолда ва атомлар оралиқ масофаларини ва уларнинг ўзаро боғланиш бурчакларини аниқлаш имконини беради.

Моддаларни ИҚ-спектрини аниқлашда ИҚ-спектроскопларидан фойдаланилади. Олинган спектр натижаларига асосланиб модда молекуласидан функционал гурухлар тебранишлар турлари ва боғланишлар аниқланилади, ҳамда модда структураси белгиланади. Олинган спектр таҳлили маълум коида билан бажарилмасдан, балки газ суюқлик хроматография, масс-спектроскопия ва ЯМР спектрлари каби қўшимча информацияларга асосланиб бажарилади.

Масалан: спиртларни ИҚ-спектр чизмасида асосий характерли спектр 3700 см^{-1} га тенг бўлиб, бу спиртлардаги –ОН гурухига мос келади.

Ундан ташқари 3350 см^{-1} водород ва кислород орасидаги боғланиш спектри, $1200\text{--}1000\text{ см}^{-1}$ оралиқда углерод ва кислород оралиқ боғланиш (–С–О) спектрлари номоеён бўлади.

Спектрал характеристикалар 10% дан ортиқ қиймат кўрсаткичлари бўйича қуйидаги оралиқларда функционал гурухлар текширилади.

$3600\text{--}3100\text{ см}^{-1}$

$3100\text{--}2800\text{ см}^{-1}$

$2800\text{--}1800\text{ см}^{-1}$

$1800\text{--}1400\text{ см}^{-1}$

Сўнг 10% дан кам оралиқ кўрсаткичлари, бунда С–Н, –С=С–, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}$ – каби боғланишлар белгиланади.

Спектр кўрсаткич қиймати 1400 см^{-1} кам қисмидаги спектрларни " бармоқ изи" белгилари (отпечатки пальцев) деб юритилади, ҳамда маълум жадвал ёрдамида қандай группа ёки богга тааллуқли экани аниқланади.

Спектр кўрсаткичи $3600\text{--}3100\text{ см}^{-1}$ оралигида бўлса, NH_2OH гурухи борлигидан далолат беради.

Тебраниш тўлқин узунлиги $3100\text{--}2800\text{ см}^{-1}$, қўшимча $1650\text{--}1400\text{ см}^{-1}$ оралиқларда спектр чизиклар ҳосил қилса –С–С– боғларидан ва уларнинг жойланиш ҳолатларидан далолат беради.

$2800\text{--}1800\text{ см}^{-1}$ оралигидаги спектрлар –С=S, ҳамда –С=N– боғланишларига яна карбон кислотаси ва уни ҳосилаларига (аммонийли тузлар) аминокислоталар ҳамда алканларга хос бў-

лади.

1800-1400^{см} ораликдаги ҳосил бўлган спектрлар эса бензол халқаси, карбонил ва карбоксил гурухлари, ангидридлар, нитро ва нитроза гурухлар, -C=C- қўш боғлар тебранишлари, -C-H-орасидаги деформацион тебранишлар ҳақида маълумот беради.

Моддаларни ИК-спектрлари бўйича аниқланганда қўлланилган эритувчиларнинг кимёвий хусусиятлари, эритманинг физик хусусиятига, концентрацияга ва ҳароратга боғлиқ бўлишини эътиборда сақлаш керак. Бундай кўрсаткич кийматларини ўзгариши спектр частоталарининг ўзгаришига сабабчи бўлади.

Ассоциация, диссоциация, салвотация ҳамда ички стереокимёвий ўзгаришлар модданинг электрик ўзгаришларига сабаб бўлади ва спектрларда 50^{см⁻¹} гача ўзгаришлар намоён бўлади.

Шунинг учун ҳамма вақт олинган ИК-спектрлар стандарт модда спектрлари билан солиштирилади ва ҳулоса чиқарилади.

Баъзи органик моддалар синфларини спектрал характеристикаси.

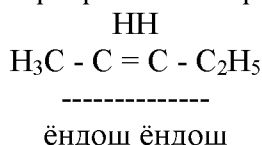
Спиртлар-буг ҳолида бўлса, 3700^{см} да эритмада бўлса, 3350^{см} да спектр ҳосил қилади. Бундай ўзгариш эритмада водород боғлари ҳосил бўлиши билан тушунтирилади.

Спиртлар спектрида 1200-1000^{см} ораликда қўшимча чизиклар бўлиб булар -C-O- (углерод-кислород) таъсирини белгилайди.

1400-1250^{см} қисмида эса C-OH деформацион тебраниш спектри бўлади.

Алканлар - тўйинган углеводородлар спектри одатда 3000-2850^{см} орасида намоён бўлади, булар молекуладаги C-H валент боғланиш тебранишларини билдиради. Валент боғланишда иккита атом оралик масофалари ўзгаради. Алканлардан метил-CH₃ группалари 1470-1400^{см} да спектр намоён қилади.

Алкенлар - тўйинмаган углеводородлар одатда -C=C- углеродуглерод қўш боғлар ва уларга ёндош гурухлар ҳосил қилган спектрлари билан характерланади.



-C=C- боғи 1650^{см} да спектр ҳосил қилади, бундан ташқари -C-H ўртасида боғ 3100^{см} - 1420^{см}, 91.5^{см} ораликлар да спектрлар ҳосил қилади.

Алдегидлар - формальдегид 1745^{см} асосий спектр намоён қилади, бошқа алдегид гурухлари учун эса бу спектр 1740 -

1720^{см} оралигида силжиши мумкин. Буларга қўшимча 1830^{см} ораликда ёндош спектр ҳосил бўлади.

Кетонларда -C=O карбонил гурухи учун эритмаларда 1725^{см} -1705^{см} оралигида спектр намоён бўлади.

Карбон кислоталардаги -C=O гурухи 1720-1700^{см} орасида кенг спектр чизиги беради. Карбон кислоталарда -ОН гурухи ассоцияланиши натижасида 3000^{см} қисмида кенг спектр ҳосил қилади. Карбон кислоталар тузлари спектри 1610^{см} ва 1400 -1300^{см} қисмларда намоён бўлади. Булар одатда симметрик ва антисимметрик -C=O гурухлар орасидаги тебранишларига хос бўлади.

ИК-спектрометрик усулда ishlatiladigan спектрометрлар va ularning tuzilishi

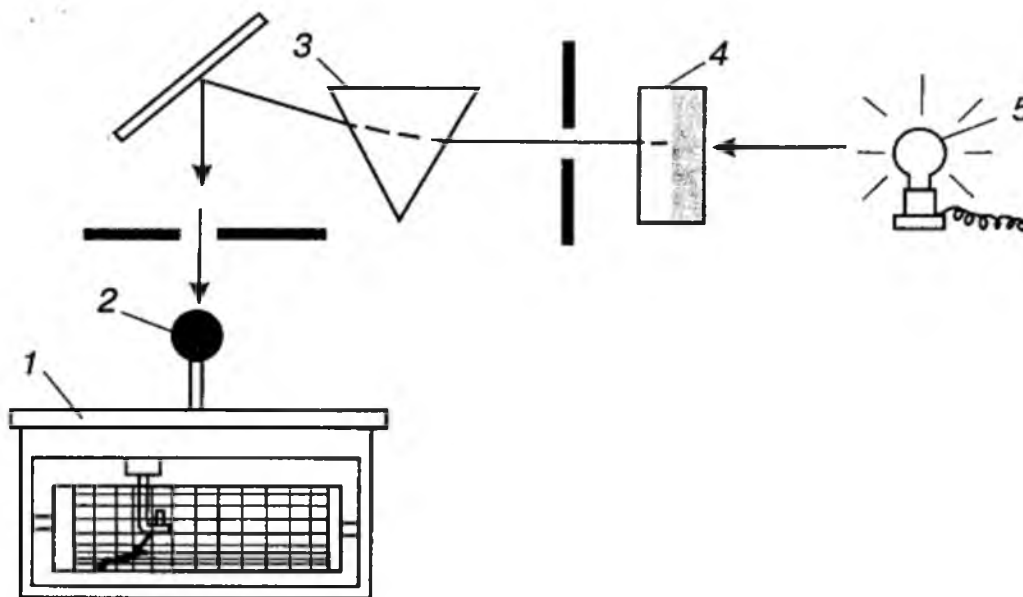
ИК-спектрометрик усулда ишлатиладиган спектрофотометрлар нурнинг кўзга кўринадиган ва ультрабинафша соҳалардаги ютилишни қайд этадиган спектрофотометрлардан нур манбаи, қўлланилган оптик жихозлар ва детектор тури билангина фарқланиб, улар 4000-678 см⁻¹ тебраниш частотасидаги спектрни бера олади (расм 1).

Тўлқин узунлиги шкаласини калибрлаш полистирол пленкаси спектрини ўлчаш орқали амалга оширилади.

ИК-спектрометрик таҳлил усули 3 босқичдан иборат:

1 – таҳлил учун модда намунасини тайёрлаш

2 – ИҚ-спектрни олиш
 3 – олинган ИҚ-спектрни стандарт намуна спектри билан солиштириш
 (интерпретациялаш ва идентификациялаш).



1-rasm. ИҚ-спектрометр тузилиши: 1-ёзувчи курилма, 2-детектор, 3-натрий хлориддан иборат призма, 4-текширилувчи призма, 4-текширилувчи модда, 5-инфра кизил нур манбаи

Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlil bosqichlari

1. Модда намунасини таҳлил учун тайёрлаш таҳлил аниқлигининг муҳим омилларидан бири бўлиб, суюқ моддалар тўғридан-тўғри ёки тегишли эритувчида эритилиб, қаттиқ моддалар эса вазелин мойи билан аралаштирилиб ёки калий бромид билан тахтакачлаб аниқланади. Таҳлил қилинаётган намунада намликнинг бўлмаслиги ИҚ-спектр олишнинг муҳим омилларидан бири ҳисобланади.

Намуна агат ҳавончада майдаланиб, ҳосил бўлган кукун ИҚ-нурни ўтказувчи муҳитга жойлаштирилади.

Калий бромид $4000-400\text{см}^{-1}$ да ютилиш бермайди. Вазелин мойнинг бу ораликда берадиган ютилиш йўллари жуда кичик интенсивликка эга. Таҳлил учун дори моддасидан 15 мг, таблетка массасидан эса 5 мг олиш мақсадга мувофиқ.

2. Ҳар бир ИҚ-спектрни олишдан олдин ҳавонинг спектри олинади. Бу спектр «фон» спектри дейилиб, ҳаво таркибидаги углерод (IV) оксидга ва намликка хос бўлган, жуда кам интенсивликдаги ютилиш йўллари беради.

Замонавий ускуналарда спектрни олиш ва уни ишлаб чиқиш махсус дастурига кўра компьютерларда бажарилмоқда.

Ускуна тўғри ишлаши учун тебранмайдиган мустаҳкам юзага ўрнатилган, сув манбалари (нам) ва қиздириш таъсиридан муҳофаза қилинган бўлиши керак.

Сув ИҚ-спектрда ютилиш бериб, ускунанинг оптик қисмидаги калий бромид эса намликни ютиши натижасида хиралашиб қолади. Шу сабабли ускунадаги куриштириш воситаси вазифасини бажарувчи силикагель ҳар ҳафтада алмаштириб турилади.

3. Деярли барча замонавий фармакопеларга дори воситалари чинлигини ИҚ-спектрометрик аниқлаш усули киритилган бўлиб, бунда текширилувчи модданинг стандарт намунасини фойдаланиш тавсия этилган. Текширилувчи намунанинг инфрақизил спектри стандарт намуна спектри билан ютилиш йўллари ва уларнинг интенсивлиги бўйича мос бўлиши талаб этилади. Баъзида модданинг чинлиги солиштирилувчи модда спектри бўйича ҳам аниқланади. Бунинг учун дори моддасининг ИҚ-спектри олиниб, спектрлар тўплами

(атлас)даги айни шу модданинг спектри билан солиштирилади. Калибрланган тўлқин узунлиги шкаласидаги фарқ полистирол пленкаси стандарт спектри билан солиштирилиб топилади.

Солиштириш учун стандарт намуна ёки спектрлар атласи бўлмаган ҳолда МТХда дори моддасининг ИҚ-спектри ва модда спектрини олиш шартлари келтирилади.

Баъзи бир функционал гуруҳларнинг ИҚ-спектрдаги ютилиш йўллари частотаси

Гуруҳ	Частота, см^{-1} (интенсивлик)
О-Н	3650-3200 (алмашинувчи)
Н-Н	3500-2900 (ўртача)
С-Н	3300-2700 (кучли-ўртача)
Н-Н	2550 атрофи (ўртача кучсиз)
С-С	2200 атрофи (кучсиз)
С=N	2200 атрофи (ўртача-кучсиз)
С=О	1850-1650 (кучли)
С=C	1650 атрофи (ўртача-кучсиз)
С-О-	1300-1000 (кучли ўртача)

Калибрланган тўлқин узунлиги шкаласи ва ускунадаги ютилиш йўллари ҳолатининг аниқлик даражаси полистирол ИҚ-спектридаги (ускунада олинган) ютилиш йўллари уларнинг назарий қиймати билан солиштириб аниқланади.

Полистирол ИҚ-спектрдаги тўлқин узунликлари шкаласини текшириш

Ютилиш йўллари, см^{-1}	Ютилиш йўллари ҳолати бўйича аниқлик даражаси (ўтиш фоизларида)
Назарий қиймат	3027 2850 1944 1802 1601 1583 1154 1028 906
Аниқланган қиймат	3030, 2853, 1947, 1805, 1604 1587, 1157, 1031, 909
Фарқ	3см^{-1}

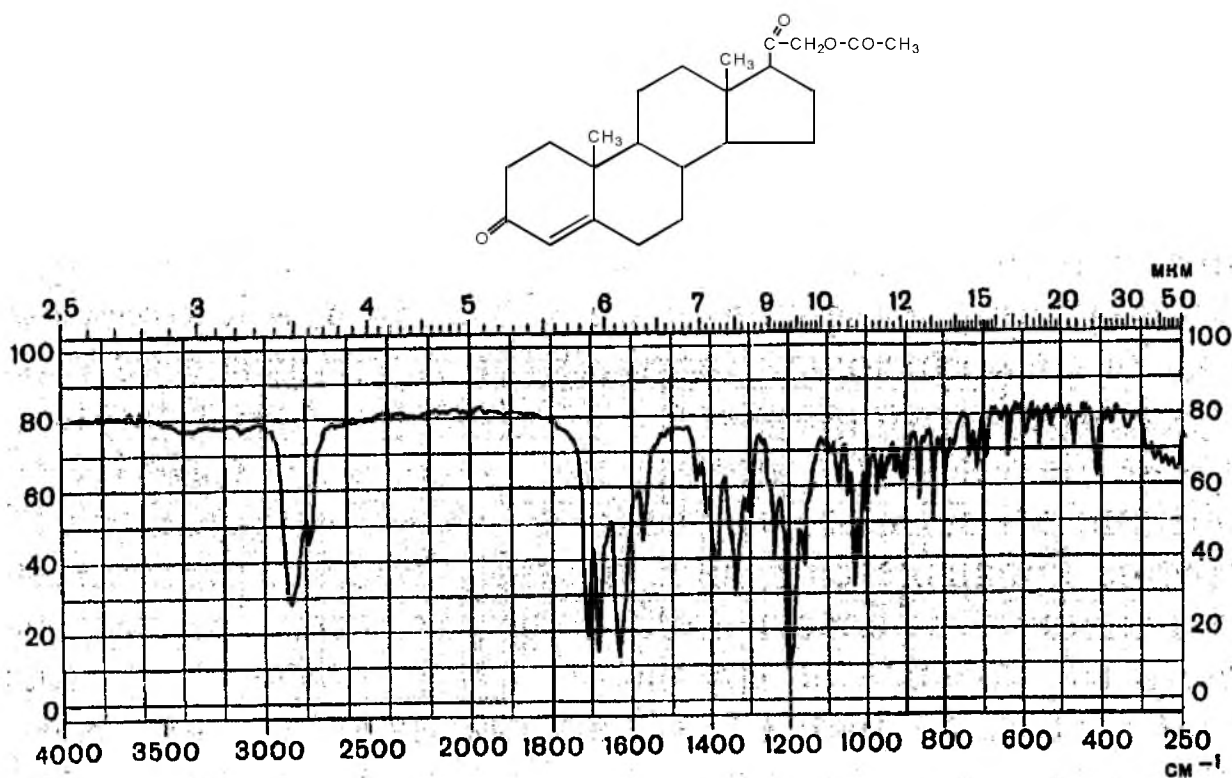
2870 см^{-1} даги минимум ва 2851 см^{-1} даги максимум орасидаги нурнинг ўтиш фарқи фоизларда 18 дан, 1589 см^{-1} даги минимум ва 1583 см^{-1} даги максимум орасидаги фарқ эса 12 дан катта бўлиши керак.

Полистиролнинг маълум тўлқин узунлигидаги ютилиш йўли унинг назарий қиймати ҳолатидан силжиган бўлса, бу текширилувчи модда ИҚ-спектрини ўрганишда эътиборга олинади.

Дори восита намунасининг пастасини тайёрлашда қўлланиладиган вазелин мойининг ИҚ-спектрини баҳолаш учун тоза вазелин мойи спектри олинади ва ютилиш йўллари ҳолати кўриб чиқилади. Вазелин мойи тўйинган углеводородлардан таркиб топган. Спектрда С-Н валент тебранишининг: $2950, 2920$ ва 2850 см^{-1} , ҳамда С-Н деформацион тебранишининг: $1460, 1375\text{ см}^{-1}$, 722 см^{-1} да кучсиз ютилиш йўли қайд этилади.

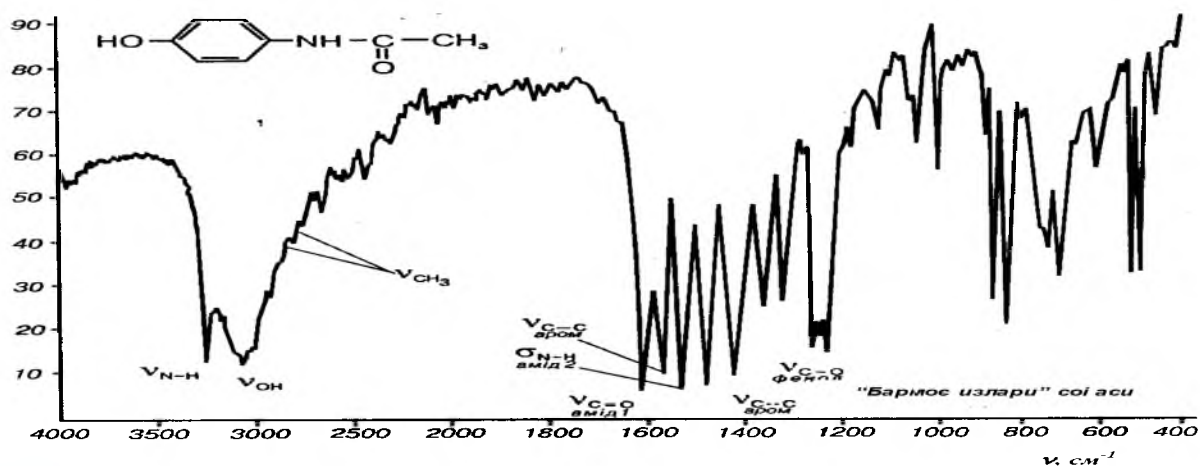
Дезоксикортикостерон ацетат (ДОКСА) ИҚ-спектрини ўрганиш

Дезоксикортикостероннинг вазелин мойи билан паста ҳолидаги ИҚ-спектри олиниб, ДОКСАни расмда берилган спектри билан солиштирилади.



Расм . Дезоксикортикостерон ацетатнинг ИҚ-спектри

1605 cm^{-1} да стероид халканинг 4-холатидаги $-\text{C}=\text{C}-$ гурух валент тебранишларидан ҳосил бўлган ўртача интенсивликдаги ютилиш йўли, 1656 cm^{-1} да учинчи холатдаги карбонил гурухи, 1684 cm^{-1} да 20 холатдаги карбонил гурухи, 1733 cm^{-1} да ацетил гурухидаги карбонил, 1231 cm^{-1} оддий эфирларга хос бўлган ютилиш йўли кузатилиб, дезоксикортикостероннинг 21-углерод атомидаги гидроксил гурухига хос бўлган 3480 cm^{-1} даги ютилиш йўли кузатилмайди.



Расм . Парацетамолнинг калий бромид таблеткасида олинган инфракизил спектри



« BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN *. BILIB OLDIM »
TRENINGI

“BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi bo'yicha yakka tartibda mavzuni o'zlashtirish jarayonida quyidagi jadvalni to'ldiring*:

MAVZUNING AHAMIYATI		
BILAMAN	BILISHNI XOHLAYMAN	BILIB OLDIM

* “BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi muayyan mavzular bo'yicha olgan bilim darajasini baholashga yordam beradi. Usuldan foydalanish quyidagi bosqichlarda amlaga oshiriladi: olgan bilimi bo'yicha tushunchaga egalik darajasi aniqlanadi; mavzu bo'yicha bilimlarni boyitishga bo'lgan ehtiyoji o'rganiladi; talaba olgan bilimi bo'yicha o'z fikr-mulohazalarini bildiradi va o'zi xulosa chiqaradi.

NAZORAT SAVOLLARI:

1. IQ-spektroskopiya tahlil usuli haqida ma'lumot bering.
2. IQ-spektroskopining tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari haqida ma'lumot bering.
3. IQ-spektroskopiya usulida dori moddalarining konsentratsiyasi qanday topiladi.
4. IQ-spektroskopiya usul bilan eritma muhitini aniqlash tartibi qanday?
5. IQ-spektroskopiya usulda dori moddalar chinligi qanday aniqlanadi?

13- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. YADRO MAGNIT REZONANS USULIDA DORI VOSITALARINI TAHLIL QILISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

- 1) YMR usuli, nazariy asoslari va zaharli moddalar tahlilida qo'llash.
- 2) YMR lar va ularning tuzilishi

YMR usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni yadro magnit rezonans usulining dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

YMR ning tuzilishi va spektrlar olish sharoitlari bilan usullari bilan tanishtirish. YMR usuli va unda qo'llaniladigan qurilmalarning tuzilishi va ishlash xususiyatlari, spektrlar olish sharoitlari bilan tanishtirish. Ayrim funksional guruhlar spektrlari xarakteristikasi. YMR spektral tahlil usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: YMR, filtr qog'ozi, varonka, reaktivlar, probirkalar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

MASHG'ULOTNING QISQACHA MAZMUNI

Нур модда эритмаси томонидан ютилганда молекула турли ўзгаришларга учраши мумкин. Бу ўзгаришларнинг хусусияти нурнинг табиатига ва модданинг кимёвий тузилишига боғлиқ. Ультратрабанафша ва кўзга кўринадиган нурлар таъсирида молекула атомларидаги валент электронларнинг энергетик ҳолати ўзгаради (УБ- ва электрон спектрлар), радиотўлқинлар эса ядро ва электрон спинларнинг энергетик ҳолатини ўзгартиради (ЯМР-спектр, ПМР-спектр, ЭПР-спектр).

Электрон сингари атом ядроси ҳам ҳаракатланади ва бунда маълум ҳаракат қийматга (J) эга. Агар ядрогаги протонлар сони тоқ бўлса, ҳаракатланганда маълум магнит ҳолатига эга бўлади (μ). μ нинг қиймати қатъий катталиқка эга. Водород ядросининг ҳаракат қиймати $J=\pm 1/2$; магнит ҳолати $\mu=\pm 1/2$. Агар у ёки бу моддани кучли магнит майдонига жойлаштирилса, унинг таркибидаги протонлар ҳаракати ўқининг йўналиши ўзгаради ва бу ҳаракат ўқи майдон магнит куч чизиқларига параллел бўлади.

Бунда куч чизиқлари икки вариант бўйича жойлашиши мумкин:

1 – вариант – магнит майдони йўналишида

2 – вариант – магнит майдонига тескари йўналишда

Агар магнит куч чизиқлари йўналишига перпендикуляр магнит майдони жойлаштирилса ва частотаси ўзгартириб борилса, ташқи магнит майдоннинг частотаси, протон магнит майдонининг частотаси билан тенглаштирилганда резонанс ҳодисаси кузатилади, бунда ядро айланиш ўқи бошқача йўналиш олади (переориентация). Бундай магнит майдони куч чизиқларининг ўзгариши ядро томонидан энергиянинг ютилишига сабаб бўлиб, ЯМР-спектроскопиясининг асосини ташкил этади.

ЯМР-спектри сигналлар мажмуаси бўлиб, ядроларнинг энергетик сатҳлари орасида ўзгаришлар натижасида ҳосил бўлади.

ЯМР-спектр тўртта катталик (параметр) билан тавсифланади:

1. Кимёвий силжиш (сдвиг) ёки сигнал
2. Сигналнинг бўлинганлиги ёки мультиплетлилиги
3. Спин-спин таъсирлашув доимийси (константаси) J
4. Резонанс сигналининг юзаси (майдони)

Кимёвий силжиш (δ -дельта) ёки (τ -тау) спектрдаги сигналнинг ўрнини белгилаб, айна ядронинг ёки ядроларнинг кимёвий қуршовига боғлиқ.

Кимёвий силжиш миллионнинг улушларида ифодаланиб, эталон бирикманинг резонанс сигналига нисбатан ўлчанади.

$(H_\alpha - H)$

H_0 - қиймат ташқи майдон кучланишига боғлиқ бўлмай, протон турини характерлайди ва 10^6 – миллион улушларида ўлчанади.

$$\delta = \frac{H - H_\alpha}{H_0} \cdot 10^6 = \frac{\nu - \nu_\alpha}{\nu_0} \cdot 10^6$$

Бу формулада:

H – резонанс кузатиладиган майдон кучланганлиги

H_α – эталон резонанси кузатиладиган майдон кучланганлиги

H_0 – асосий ташқи майдон кучланганлиги

ν_0 – иш частотаси

ν – протоннинг резонанс частотаси

ν_α – эталон протонларнинг резонанс частотаси

Спектрометрнинг иш частотаси 60 МГц бўлса, 1 м.у=60 гц, 100МГц бўлса 1 м.у=100 гц бўлади.

Дори моддаларнинг органик эритувчилардаги эритмаларини ЯМР-спектрини олиш учун халқаро эталон ТМС-тетраметиленилсилан қабул қилинган – (CH₃)₄Si.

У қуйидаги афзалликларга эга:

1. Ундаги 12 протон ҳам бир хил қуршаб олинган ва спектрда ягона сигнал беради.
 2. Бу сигнал энг кучли майдонда жойлашган бўлиб, органик моддалардаги бошқа барча протонлар унга нисбатан кучсиз майдонда резонансга учрайди.
 3. ТМС – бошқа органик бирикмалар билан кимёвий таъсирлашмайди ва осон учувчан.
- δ шкала бўйича ТМС кимёвий силжиш сигнали «0», τ шкала бўйича эса 10,0 деб қабул қилинган.

$$\delta = 10 - \tau$$

Сигналнинг мультиплетлилиги (бўлинганлиги) сигналнинг квант спин сони бирга тенг бўлган қўшни ядро таъсири остида парчаланишидир

$$M = n + 1$$

n – қўшни функционал гуруҳдаги протонлар сони

Қуйи тартибли спектрларда мультиплет сигналлар кимёвий силжишидаги фарқ (герцлар билан ўлчанганда) спин-спин таъсирлашув доимийсидан катта бўлади:

$$\Delta \nu J > 10$$

Δδ - кимёвий силжишлардаги фарқ миллион улушларда

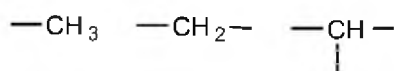
ν – спектрометрнинг иш частотаси, МГц

J – спин-спин таъсирлашув константаси, чўккилар орасидаги герцлар билан ўлчанган масофа

Қўшни гуруҳ ядроларининг магнит хоссаси нозквивалент бўлса, сигналнинг ажралганлиги M=2n формуласи бўйича аниқланади.

Сигнал чўккилари сони битта бўлса синглет, иккита бўлса – дуплет, учта бўлса – триплет, тўртта бўлса – квадруплет ва бешта бўлса – квинтет дейилади.

J – нолдан 16 герц оралигида бўлади.



**Баъзи бир гуруҳлар
резонанс сигналлари кимёвий силжишлари ўрни**

(δ-шкала)

-CH ₃	δ м.у.	-CH ₂ -	δ м.у.	-CH-	δ м.у.
CH ₂ -CH ₃	0,9	CH ₂ -CH ₂	1,3	$\begin{array}{c} \\ \text{—C—CH—} \\ \end{array}$	1,5
=CH-CH ₃	1,7	=CH-CH ₂ -	1,9	$\begin{array}{c} =\text{C—CH—} \\ \end{array}$	2,1
C ₆ H ₅ -CH ₃	2,1	C ₆ H ₅ -CH ₂ -	2,6	$\begin{array}{c} \\ \text{C}_6\text{H}_5\text{—CH—} \\ \end{array}$	2,9
$\hat{\text{I}} \text{—}\ddot{\text{N}}\text{—}\ddot{\text{N}}\text{—}\hat{\text{I}}_3$	2,1	COO-CH ₂ -	4,2	$\begin{array}{c} \\ \hat{\text{I}} \text{—}\ddot{\text{N}}\text{—}\ddot{\text{N}}\text{—} \\ \end{array}$	3,7
OCH ₃	3,3	CH ₂ -COO-	2,2	OOC-CH-	4,3
CH ₃ -COOH	2,3	—N ₂ -N<	2,5	$\begin{array}{c} >\ddot{\text{N}}\text{—}\ddot{\text{N}}\text{—} \\ > \end{array}$	2,4
S-CH ₃	3,1			-COOH S-N ₂ -	3,5

N-CH_3	2,2		$>\text{N-N}-$	2,9
-----------------	-----	--	----------------	-----

R-CH=CH_2	4,6-5,5
R-NH_2	1,0-5,0
$\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$	4,0-12,0
$\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OH}$	10,0-13,0

Резонанс сигналининг юзаси - $\frac{S}{S}$ айнан шу сигнални ҳосил қилган ядролар сонига пропорционал бўлиб, моддадаги ёки ёт аралашма таркибидаги протонлар сонини аниқлаш учун хизмат қилади.

Турли моддаларнинг ЯМР-спектрлари бир-биридан фарқ қилганлиги учун ЯМР-спектроскопия усули ёрдамида дори моддаси чинлиги, миқдори ҳамда таркибидаги ёт аралашмалар миқдорини аниқлаш мумкин.

$$A = \frac{100 \cdot Si / n_i}{\sum (Si / n_i)} \quad B = \frac{100 \cdot Si Mi / n_i}{\sum (Si / n_i)}$$

A – модданинг нисбий моллардаги фоиз миқдори

B – модданинг нисбий огирликдаги фоиз миқдори

Si – резонанс сигналнинг спектрдаги юзаси

n_i – резонанс сигнални ҳосил қилган фрагментдаги ядролар сони

Mi – модданинг моль массаси

Дори моддасининг мутлоқ миқдорини аниқлаш учун таҳлил қилинаётган модданинг ва стандарт намунанинг эритмалари тайёрланиб, таҳлил қилинаётган модда эритмасига ички стандарт вазифасини бажарувчи модданинг аниқ миқдори қўшилиб, ЯМР-спектри олинади. Аниқланувчи модданинг мутлоқ огирликдаги фоиз миқдори қуйидаги ҳисоблаш формуласи орқали ҳисобланади.

$$B = \frac{S_a \cdot M_a \cdot n_{cm} \cdot m_{cm}}{S_{cm} \cdot M_{cm} \cdot n_a \cdot m_a} \cdot 100;$$

S_a – таҳлил қилинаётган модда резонанс сигналларининг юзаси

S_{cm} – стандарт намуна резонанс сигналларининг юзаси

M_a – таҳлил қилинаётган модда моль массаси

n_{cm} – стандарт намунадаги резонанс берувчи ядролар сони

n_a – таҳлил қилинаётган моддадаги ядролар сони

m_{cm} – стандарт намуна миқдори

m_a – таҳлил қилинаётган модда миқдори

Стандарт намуна сифатида ишлатиладиган моддалар ва уларнинг резонанс сигналлари ўрни (δ -шкала)

1. Маленин кислотаси	$\begin{array}{c} \text{HN} \text{---} \text{COOH} \\ \parallel \\ \text{CH} \text{---} \text{COOH} \end{array}$	2 CH=	6,60 м.у.
2. Бензил бензоат	$\begin{array}{c} \text{C}_6\text{H}_5 \text{---} \text{C} \text{---} \text{OCH}_2 \text{---} \text{C}_6\text{H}_5 \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$	-CH ₂ -	5,3 м.у.
3. Малон кислотаси	$\begin{array}{c} \text{H}_2\text{C} \text{---} \text{COOH} \\ \parallel \\ \text{COOH} \end{array}$	CH ₂	3,3 м.у.
4. Сукцинимид	$\begin{array}{c} \text{CH}_2 \text{---} \text{C} \text{---} \text{NH} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{CH}_2 \text{C} \quad \text{O} \end{array}$	2-CH ₂ -	2,77 м.у.

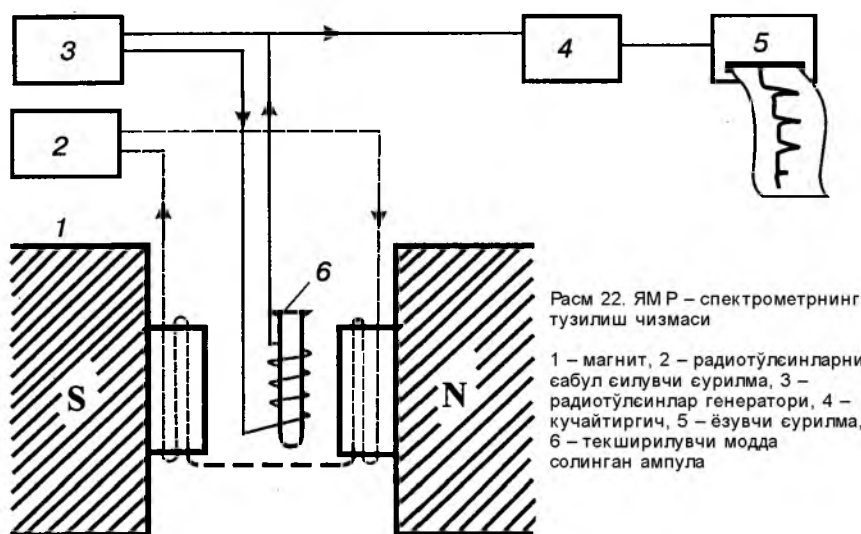
5.	Ацетанилид	$\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-C}\begin{smallmatrix} \text{O} \\ \parallel \end{smallmatrix}\text{CH}_3$	$-\text{CH}_3$	2,12 м.у.
6.	Трет-бутанол	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{H}_3\text{C}-\text{C}-\text{OH} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	3CH_3	1,30 м.у.
7.	Гексаметилциклотрисилоксан	$\begin{array}{c} \text{H}_3\text{Si}-\text{CH}_3 \\ \quad \diagup \\ \text{O} \quad \text{Si}-\text{O}-\text{Si}-\text{CH}_3 \\ \quad \diagdown \quad \diagup \\ \text{O} \quad \text{Si}-\text{O}-\text{Si}-\text{CH}_3 \\ \quad \diagdown \\ \text{H}_3\text{Si}-\text{CH}_3 \end{array}$	6-CH_3	0,15 м.у.

ЯМР-спектрометрлик tablilda ishlatiladigan спектрометрлар va ularning tuzilishi

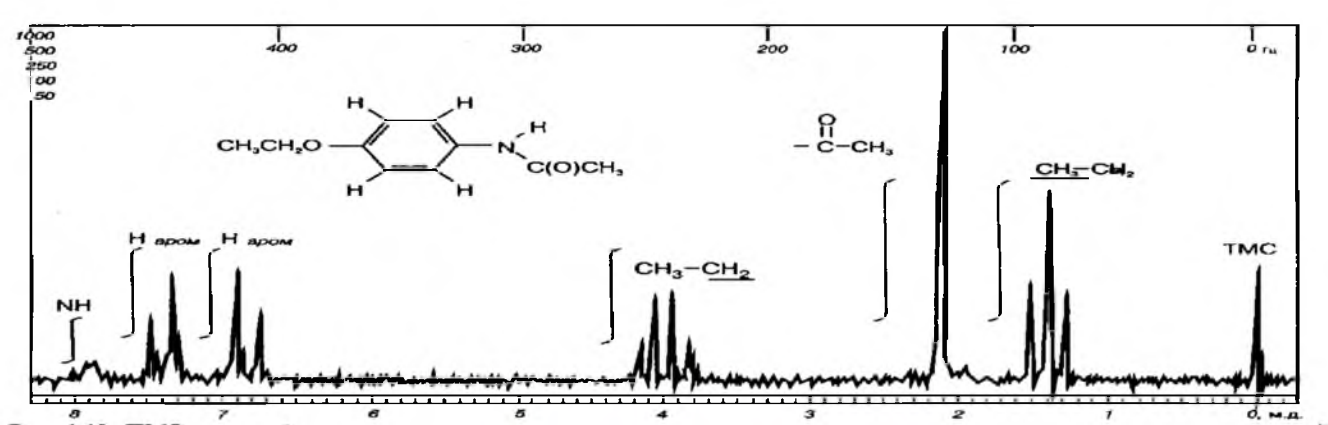
ЯМР-спектрометр қуйидаги асосий қисмлардан иборат (1 расм):

1. Магнит майдонни созловчи (коррекцияловчи) ва барқарор қилувчи (стабиллаштирувчи) тизимли магнит
- 2.Таҳлил қилинувчи намунани радиочастотали нурлантирувчи электромагнит генерация қурилмаси
3. Спектрни қайд қилувчи қурилма

Модданинг ЯМР-спектрини олиш учун текширилувчи модда (25-30 мг) дейтерийланган эритувчи (CDCl_3 , D_2O , CD_3COOD)да эритилиб, шишадан ясалган ампулага солиб, юқори қучланишли магнит майдонга киритилади. Резонанс ҳодисаси амалга ошиши ҳисобига спектрометрда энергиянинг ютилиш қайд этилади.



1-rasm. ЯМР-спектрометр



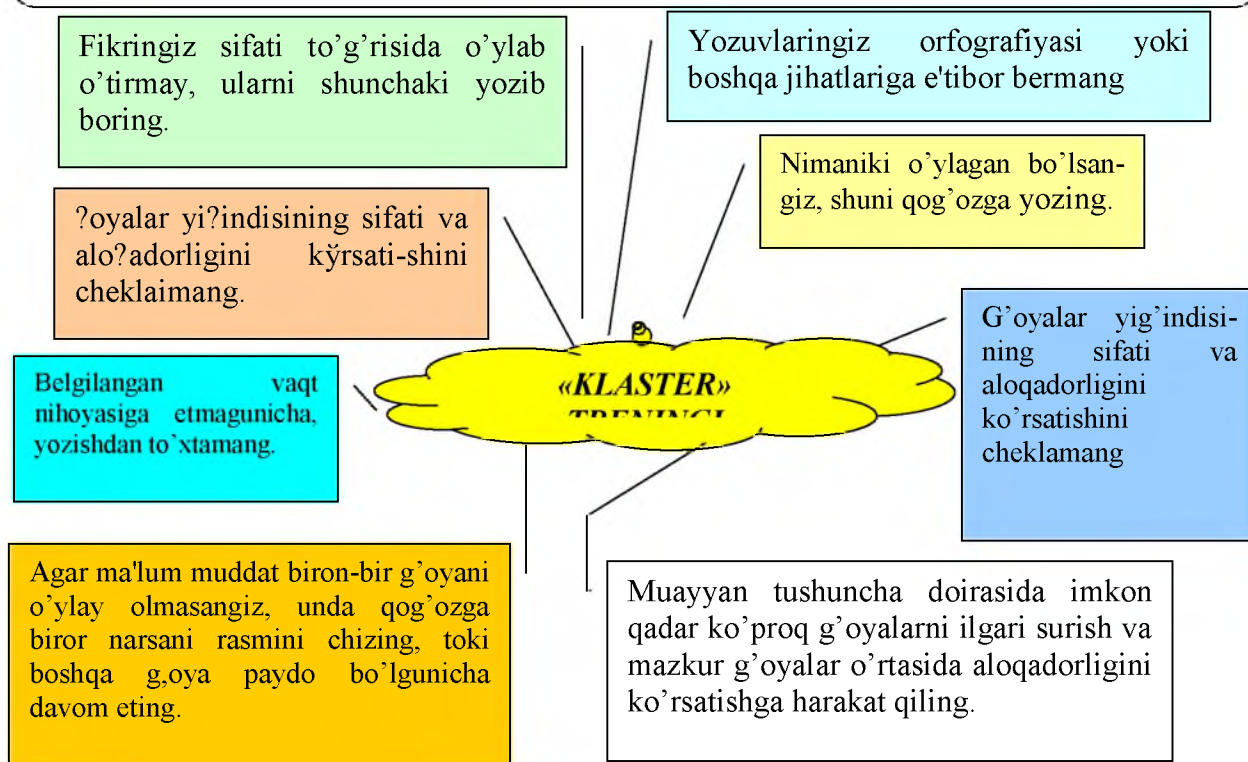
Расм. Фенацетиннинг ПМР-спектри



«KLASTER» TRENINGI

10.

“*Klaster*” treningi bo'yicha “**YADRO MAGNIT REZONANS**” so'ziga mantiqiy zanjir tuzing (10 daqiqa ichida). Klaster treningidan foydalanishda quyidagi shartlarga rioya qilish talab etiladi*:



* “**Klaster(Tarmoqlar) treningi**” fikrlarni tarmoqlanishi – bu pedagogik strategiya boʻlib, u oʻquvchilarni biron bir mavzuni chuqur oʻrganishga yordam beradi, oʻquvchilarni mavzuga taaluqli tushuncha yoki aniq fikrni erkin va ochiq ravishda ketma-ketlik bilan uzviy bogʻlagan holda tarmoqlashlariga oʻrgatadi. Bu usul biron bir mavzuni chuqur oʻrganishdan avval oʻquvchilarni fikrlash faoliyatini jadallashtirish hamda kengaytirish uchun xizmat qilishi mumkin. Shuningdek, oʻtilgan mavzuni mustaxkamlash, yaxshi oʻzlashtirish, umumlashtirish hamda oʻquvchilarni shu mavzu boʻyicha tasavvurlarini chizma shaklida ifodalashga undaydi. Bu esa oʻquvchilarga oʻz bilimlari, tushunishlari va tasavvurlari darajasini aniqlashga yordam beradi.

NAZORAT SAVOLLARI:

6. YMR tahlil usuli haqida maʼlumot bering.
7. YMR ning tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari haqida maʼlumot bering.
8. YMR usulida dori moddalarining konsentratsiyasi qanday topiladi.
9. YMR usul bilan eritma muhitini aniqlash tartibi qanday?
10. YMR usulda dori moddalar chinligi qanday aniqlanadi?

14- LABORATORIYA MASHGʻULOTI. -FLYUORIMETRIK USULNI DORI VOSITALARI TAHLILIDA QOʻLLANILISHI.

Laboratoriya mashgʻulotining rejasi

- 3) Lyuminessent tahlil, nazariy asoslari va zaharli moddalar tahlilida qoʻllash.
- 4) Fluorimetrlar va ularning tuzilishi
- 5) Sifat lyuminessent tahli
- 6) Miqdoriy lyuminessent tahlil

Mashgʻulot maqsadi: flyuorimetrik tahlil usulini dori moddalar tahlilida qoʻllanilishi bilan talabalarni tanishtirish.

Laboratoriya mashgʻulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Laboratoriya mashgʻulotini bajarish davrida talabalar zamonaviy tahlil usullarini oʻzlashtiradilar.

Laboratoriya mashgʻulotlarini oʻtkazish uchun zarur asbob-uskunalar: flyuorimetr, probirkalar, ajratgich voronkalar, reaktivlar, koʻrgazmali materiallarlar.

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Lyuminessent tahlil, nazariy asoslari va zaharli moddalar tahlilida qoʻllash.

Nazariy asoslari. Bir xil tur moddalar xona haroratida qizdirilmasa ham oʻzlaridan yorugʻlik tarqatadilar. Bu xodisa sovuq nur sochish yoki *lyuminessensiya* deb ataladi. **Lyuminessensiya** lotincha *lumen* — nur va -escent — kuchsiz taʼsir maʼnolarini anglatadi. Atomlar va molekulalarning yorugʻlik energiyasini yutish xususiyatiga koʻra, ular yorugʻlik energiyasini oʻzlarida yigʻadilar. Bu atomning qoʻzgʻalishiga sabab boʻladi. Qoʻzgʻalgan atom yoki molekulalar oʻzlarining ortiqcha energiyalarini yoki shu energiyaning bir qismini yorugʻlik koʻrinishida nurlantirishlari mumkin. Ortiqcha energiyaning boshqa qismi moddadagi elektronlarni uzishga - moddani ionlashtirishga, fotokimyoviy reaksiyalarga, moddani qizdirishga sarflanishi mumkin. Lyuminessent nurlanish yorugʻlik taʼsiri toʻxtagandan keyin nisbatan uzoq vaqt davom etishi mumkin. Nurlanish davomiyligi turli lyuminessent moddalar uchun turlichadir: soniyaning milliardlar ulushidan (alohida atom va molekulalar uchun) to soatlar va hattoki bir necha sutkagacha (kristallofosforlar uchun) davom etishi mumkin.

Lyuminessent tahlil usuli jarayon holatidan kelib chiqib, qoʻyidagicha sinflanadi.

I. Nuralanuvchi modda tabiatiga qarab:

a) atomlar lyuminessensiya

b) molekular lyuminessensiyasi

v) qattiq jism lyuminessensiyasi

II. Lyuminessensiya jarayoni tabiatiga qarab:

a) fluoressensiya

b) sekinlashgan fluoressensiya

v) fosforenressensiya

III. Qo'zg'alish energiyasi manbaiga qarab:

1. **Fotolyuminessensiya (fluoressensiya)** - yorug'lik yoki nurlanish energiyasini yutilishi natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.

2. **Katodolyuminessensiya** – yuqori tezlikda harakatlanayotgan elektronlar, bombardimoni natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.

3. **Rentgenolyuminessensiya-**

4. **Radiolyuminessensiya**

5. **Ionolyuminessensiya**

6. **Alfa-lyuminessensiya**

7. **Elektrolyuminessensiya**

3. **Xemilyuminessensiya** - kimyoviy jarayonlar natijasida hosil bo'ladigan nurlanish.

4. **Tribolyuminessensiya** - ishqalanish natijasida hosil bo'ladigan lyuminessensiya nurlanishi.

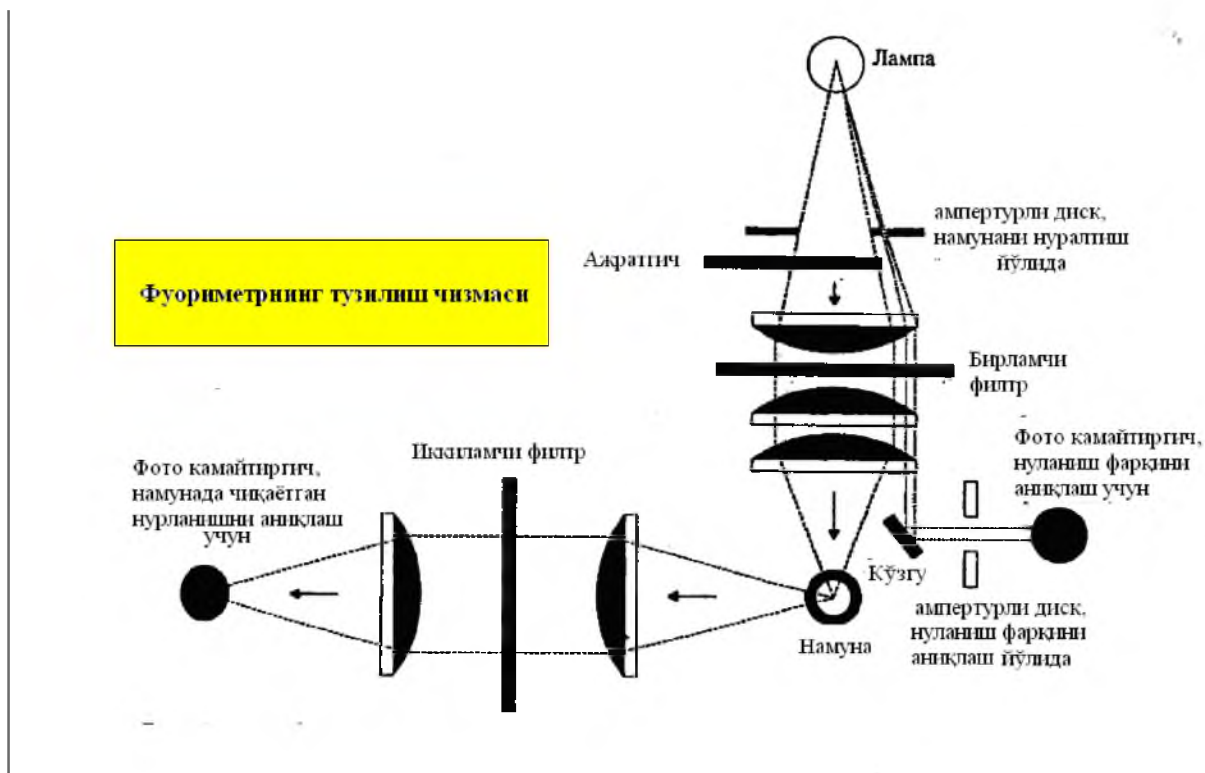
Lyuminessensiya turlari qo'zg'alish energiyasi xarakteri, nurlanish davomiyligi va lyuminessensiyalovchi moddaning kimyoviy xususiyatlari bilan aniqlanadi.

Barcha lyuminessensiyalanuvchi moddalar umumiy *lyuminiforlar* nomi bilan ataladi. **Lyuminofo lotincha** lumen — nur va grekcha phoros — tashuvchi ma'nosini anglatadi. Qo'zg'alishiga qarab ular fotolyuminofoforlar, rentgenolyuminofoforlar, radiolyuminofoforlar, katodolyuminofoforlar, elektrolyuminofoforlarga farqlanadi. Ayrim **lyuminofoforlarni aralash turi ham uchraydi**(M, ZnS·Cu foto-, katodo- i elektrolyuminofoforom hisoblanadi). *Odatda neorganik nurlanuvchi moddalar lyuminiforlar deb, organik nurlanuvchi moddalar esa organolyuminofoforlar deb ataladi.*

Agar fluoressensiya hosil bo'lishida kristallar ishtirok etsa, bu tur nurlanish **kristallofosfor nurlanish** deb ataladi.

Fluorimetrlar va ularning tuzilishi
Analizator FLYUORAT-02-3M





Sifat lyuminessent tahlili

Neorganik va organik moddalarni aniqlash uchun sifat tahlilida xususiy lyuminessensiyalanish ishlatiladi. Ultrabinafsha yorug'likda erigan holatda, neorganik birikmalardagi Fe, Sn, Sb, Rb, Vi, Zn va boshqa og'ir metallar tuzlari lyuminessensiyalanadi. Seriy guruxiga kiruvchi lantanoidlar 3 razryadli samariy, evropiy, gadoliny, terbiy va diproziy ionlari yorqin lyuminessensiyalanadi.

Organik molekular ham xususiy lyuminessensiyaga ega. Masalan: vazelin moyi - och binafsha rang, parafin och moviy, kanifol och ko'k, qarag'ay mumi sariq tovlanuvchi to'q yashil, mineral moy och ko'k, tozalangan asfalt to'q yashil yoki jigar rang nur taratadi.

Ko'pgina vitaminlar, parafinlar, adrenalin va bir qator kanserogen moddalar xususiy lyuminessensiyalanish xususiyatiga egadir.

Sifat tahlilida reagentning aniqlanuvchi modda ta'sirida lyuminessensiya rangini o'zgartirishi yoki lyuminessensiyani so'ndirishda foydalanish mumkin. Ko'plab suvli eritmalarida lyuminessensiyalanmaydigan kationlar organik reagent molekulasini bilan birikma hosil qilganida lyuminessensiya nurlanishi yoki lyuminessensiyani rangi o'zgarishi kuzatiladi. Natriy ioni sinkuranilatsetat bilan yashil sariq lyuminessensiya beradi. Berilliy Morin bilan yorqin yashil rangli lyuminessensiya hosil qiladi. Ko'p kationlar 8-oksixinolin bilan o'ziga yarasha lyuminessensiyaga ega-birikma hosil qiladi.

Ko'pgina moddalar kristal holatda lyuminessensiyalanishga ega emas. Ularga boshqa element atomlarini (aktivatorlar) qo'shib kirgizilganda o'ziga xos lyuminessensiya hosil bo'ladi.

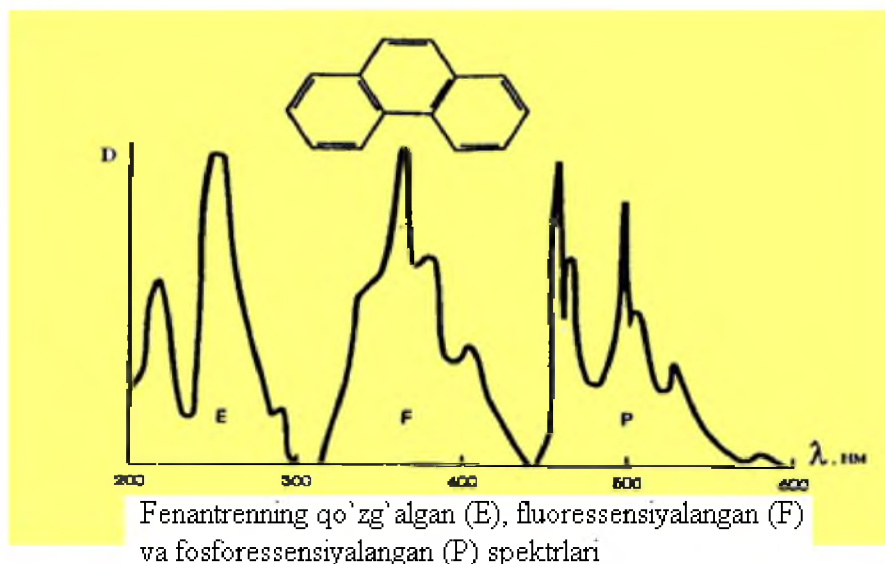
Bunday moddalar kristallofosforlar deb ataladi. Kristallofosfor lyuminessensiyasi intensivligi orqali izlanuvchi kationni aniqlash usuli ishlab chiqilgan. Ko'pchilik elementlar kalsiy oksidi asosidagi xarakterli lyuminessensiyaga ega bo'lgan kristallofosforlar hosil qiladi.

Ko'pgina hollarda, moddalarni aniqlashda lyuminessensiyani oddiy kuzatish bilan cheklanish mumkin. Bir necha lyuminessensiyalovchi moddalar aralashmasi bo'lganda sifat tahlili murakkablashadi. Bu holda svetofiltrlar ishlatiladi yoki xromatografik ajratiladi.

CaO asosidagi kristallofosforlar lyuminessensiyalanish xarakteristikasi

Aktivator	Lyuminessensiya rangi	Aniqlanuvchi minimum	Suyultirish chegarasi
-----------	-----------------------	----------------------	-----------------------

Bi^{+3}	Ko'k binafsha	2	$1:1 \times 10^{-5}$
Pb^{+2}	Och havo rangdan to binafshagacha	1	$1:1 \times 10^{-5}$
Ti^{+}	Sariq yashil	2	$1:1 \times 10^{-5}$
Se^{+2}	Qizil	4	$1:1 \times 10^{-5}$
Te^{+2}	Qizil	4	$1:1 \times 10^{-5}$



Miqdoriy lyuminessent tahlil

Miqdoriy aniqlashlarda lyuminessensiya intensivligini aniqlanuvchi modda konsentratsiyasiga bog'liqligidan foydalaniladi. Miqdoriy tahlilning asosiy sharti yutilgan energiyani yetarli darajada to'liq lyuminessent nurlanishga o'tishidir. Flurimetrik o'lchashlar vizual, hamda mahsus asbob – flurimetrlar yordamida amalga oshiriladi.

NAZORAT SAVOLLARI:

11. Lyuminessent tahlil usuli haqida ma'lumot bering.
12. Fluorimetrlarning tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari haqida ma'lumot bering.
13. Fluorimetriya usulida dori moddalarining konsentratsiyasi qanday topiladi.
14. Fluorimetr haqida ma'lumot bering.
15. Fluorimetrik usul bilan eritma muhitini aniqlash tartibi qanday?
16. Sifat lyuminessent tahlil
17. Miqdoriy lyuminessent tahlil



**« BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN *. BILIB OLDIM»
TRENINGI**

“BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi bo'yicha yakka tartibda mavzuni o'zlashtirish jarayonida quyidagi jadvalni to'ldiring*:

MAVZUNING AHAMIYATI

<i>BILAMAN</i>	<i>BILISHNI XOHLAYMAN</i>	<i>BILIB OLDIM</i>

* “BILAMAN * BILISHNI XOHLAYMAN * BILIB OLDIM” treyningi muayyan mavzular bo'yicha olgan bilim darajasini baholashga yordam beradi. Usuldan foydalanish quyidagi bosqichlarda amlaga oshiriladi: olgan bilimi bo'yicha tushunchaga egalik darajasi aniqlanadi; mavzu bo'yicha bilimlarni boyitishga bo'lgan ehtiyoji o'rganiladi; talaba olgan bilimi bo'yicha o'z fikr-mulohazalarini bildiradi va o'zi xulosa chiqaradi.

15- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. QOG'OZ XROMATOGRAFIYASI USULIDA RUTINNI TAHLIL QILISH

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Qog'oz xromatografiya usuli haqida ma'lumot.
2. Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.

Mashg'ulot maqsadi: Talabalarni qog'ozda bajariluvchi taqsimlash xromatografiyasi variantlari bilan tanishtirish. Qog'oz xromatografiyasidagi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar haqida to'liq ma'lumot berish. Laboratoriya ishlar bajarish uchun qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan talablar, ularning turlari, tozalash, gidrofillik, gidrofob xromatografik qog'ozlarni tayyorlashni o'rganish. Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

- Laboratoriya ishlar bajarish uchun qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan talablar, ularning turlari, tozalash, gidrofillik, gidrofob xromatografik qog'ozlarni tayyorlashni o'rganish
- Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.;

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, xromatografik qog'ozlar, kolonka, qozg'aluvchi fazalar, chizg'ich, purkagich, UB-lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan talablar

Taqsimlanish xromatografiyasi usulida ishlatiladigan qog'ozlarga quyidagi talablar qo'yiladi.

Qog'oz kimyoviy toza bo'lishi, kimyoviy nuqtai-nazardan neytral bo'lishi, bir xil zichlikka ega bo'lishi, erituvchilarni bir xil tezlikda harakatlanishini ta'minlashi lozim bo'ladi. Bundan tashqari

qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan qog'oz strukturasi, qog'oz tolalarini joylashishi ham asosiy talablardan xisoblanadi.

Dori vositalarini xromatografik tahlil qilishda qo'llanadigan va sanoatda ishlab chiqarilgan qog'ozni turli reagentlar bilan ishlanadi. Masalan: ami-nosirka kislotasi, trilon B, 8-oksixinolin va boshqalar. Bu reaktivlar qog'oz tarkibidagi turli noorganik moddalar bilan kompleks birikmalar hosil qiladi. Hosil bo'lgan kompleks birikmalar turli erituvchilar bilan yuvib tashlanadi.

Xromatografik qog'oz sifatida maxsus tayyorlangan qog'ozlardan tashqari zichligi yuqori bo'lgan filtr qog'ozlar, vatman xromatografik qog'ozlarini ham ishlatish mumkin.

Odatda to'rt xil xromatografik qog'ozlar ishlab chiqiladi. N1,2,3,4. Ular tolalarini zichligi, erituvchilarni qo'zg'alishi tezligi bilan bir-biridan farqlanadi.

N1,2 raqamli xromatografik qog'ozlar zichligi kam bo'lgani uchun ular "tez", 3, 4 raqamlilar esa zichligi yuqori bo'lgani uchun "sekin" xromatogramma olinuvchi xromatografik qog'ozlar deb yuritiladi.

Xromatografik qog'ozni asosan uni 1 m² hajmini og'irligi (gr.), qatlam qalinligi (mm), vaqt birligida erituvchini, suvni hamda n-butanol - sirka kislotasi - suv (4:1:5) aralashmasini qo'zg'alish vaqti xisobi bilan belgilanadi.

Aniq xromatogramma olishda, ya'ni moddalar aralashmasini aniq ajralishini ta'minlashda qog'oz tolalarini erituvchini yurish yo'li bo'yicha joylashishi katta ahamiyatga ega.

Qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan qog'oz o'z tarkibida ma'lum miqdorda qo'zg'almas faza ya'ni suv saqlashi lozim. Odatda xromatografik qog'oz gidrofil bo'ladi, chunki qog'oz tarkibida 20-22 % suv saqlaydi.

XROMATOGRAFIK QOG'OZLARNI GIDROFOBLASH

Suvda erimaydigan moddalarni ajratishda qog'ozni gidrofil holatidan gidrofob holatiga o'tkaziladi. Buning uchun quyidagi usullardan foydalaniladi: qog'ozni turli gidrofob moddalar bilan shimdirish va qog'ozni atsetillash.

Masalan: qog'ozni 1% parafinni petroleyn efiridagi eritmasi bilan shimdirish, 0,5% kauchukni benzoldagi eritmasi bilan shimdirish, 1-2% tozalangan o'simlik yog'ini etil efiridagi eritmasi bilan shimdirish.

Qog'ozni atsetirlash uchun uni atsetirlovchi aralashma bilan shimdiriladi. Atsetirlovchi aralashma 90 ml sirka angidridi, 10ml petroleyn efiri, 8-10 tomchi konsentrlangan sulfat kislotasi aralashmasidan tayyorlanib, qog'oz shu aralashmaga 45 daqiqaga bo'ktiriladi, so'ngra uni olib, oqar suvda 15 daqiqa davomida yuviladi, 10-15 daqiqa distillangan suvda qoldirilib, so'ng yuviladi va quritiladi.

Yuqoridagi usullarda ishlangan qog'ozni gidrofobligi tekshiriladi. Buning uchun qog'ozga bir tomchi suv tomiziladi. Bunda suv tomchisi qog'ozni namlamasdan uni yuzasidan oqib tushib ketishi lozim.

Gidrofoblangan qog'ozda bajariladigan xromatogramma asosan suvda erimaydigan yoki yomon eriydigan moddalarga nisbatan keng qo'llaniladi. Gidro-foblangan xromatografik qog'ozda qo'zg'almas faza sifatida qutbsiz erituvchi, qo'zg'aluvchi faza sifatida qutbli erituvchilar olinadi.

MODDALARNI XROMATOGRAFIK QOG'OZDA TAQSIMLANISH NAZARIYASI

Xromatografik qog'oz o'z g'ovaklarida havodan shimilgan namlik xisobiga 22% gacha suv saqlaydi. Ana shu namlik qog'ozda qo'zg'almas faza vazifasini o'taydi.

Xromatografik jarayonni bajarish uchun zarur bo'lgan qog'oz o'lchami qirqib olingach, uning bir tomoniga (start), qirg'og'idan 2-3 sm yuqorida nuqtalar belgilanib, tekshiriluvchi namuna eritmasi kapillyar naychalar yordamida shimdiriladi, bunda shimilishdan hosil bo'ladigan namlik diametri 0,5 sm dan oshmasligi kerak. Nuqta qurigach xromatografik lenta avvaldan qo'zg'aluvchi faza porlari bilan 20-30 daqiqa davomida to'yintirilgan kolonkaga joylashtiriladi.

Xromatografik jarayon davomida nuqtaga shimdirilgan modda qo'zg'aluvchi fazaga o'tadi va qog'oz kapillyarlari bo'ylab turli tezlikda harakatlanadi.

Bunda moddalar qog'ozdagi saqlagan namlik (qo'zg'almas faza) va erituvchi (qo'zg'aluvchi faza) orasida qayta taqsimlanadi.

Moddalarini qog'oz lentasi bo'yicha taqsimlanishi R_f koeffitsenti bo'yicha aniqlanadi (R_f -qanday aniqlanadi). R_f qiymatiga qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar hamda aniqlanuvchi moddalar xarakterlari, kameraning erituvchi sistema porlari bilan to'yinganligi, eksperiment olib borish sharoitlari (harorat, bosim, namlik darajasi) ta'sir ko'rsatadi.

Shuning uchun R_f qiymati nisbiy bo'lib, moddalar sifatini aniqlashda yo'naltiruvchi ahamiyatga ega.

Qog'oz xromatografiyasi variantlari bir tomonlama yuqoridan pastga, bir tomonlama pastdan yuqoriga, ikki tomonlama xromatografik usulda, aylana (radial) xromatografik usulda, qog'oz kolonkali xromatografiyasi hamda elektroforetik xromatografik taqsimlanish usullaridan iborat.

Rutinning chinligini va tozaligini qog'oz xromatografiya usulida aniqlash

Rutin, Rutinium, 3-ramnoglikozid-3,5,7,3,4 - pentaksiflavon

0,01 g rutin (aniq tortma) 10 ml 95% li etil spirtida suvli hammom ustida eritiladi, so'ngra sovutiladi, hosil bo'lgan eritmadan kapillyar yordamida olib xromatografik qog'ozning start chizig'iga nuqtasimon ko'rinishida tomiziladi. Xromatografik qog'oz yaxshilab havoda quritiladi va n-butanol, sirka kislota va suvdan (4:1:5) tayyorlangan erituvchilar aralashmasi bilan to'yingan xromatografik kolonkadan olinadi va havoda erituvchilarning hidi ketguncha quritiladi.

Quritilgan xromatografik "UB-254" nuri oqimida ko'riladi. Bunda rutin moddsining to'q jigarrangdagi faqat bitta dori ko'rinadi.

Keyinchalik xromatogramma natriy gidroksidning 10% eritmasi bilan purkaladi, natijada dog' rangga bo'yaladi. Rutin dog'ning R_f qiymati hisoblanadi.

$$R_f = a/b$$

Bu yerda, a - xromatogrammadagi dog'ning bosib o'tgan masofasi, sm;

b - erituvchilar aralashmasining bosib o'tgan masofasi, sm;

Digitoksin tarkibida aralashma holdagi turli glyukozidlarni qog'oz xromatografiyasi yordamida aniqlash

2 x 50 sm o'lchamda qirqib olingan hamda 20% formamidni metil spirtidagi eritmasi bilan 5 daqiqa davomida shimdirilgan «tez» xromatografik qog'ozga 0,02 ml digitoksinni 0,01% spirt-xloroform (1:1) nisbatdagi aralashmasidagi eritmasidan start chizig'iga o'tkaziladi.

Xromatogramma ksilol: metil-etil keton (1:1) nisbatdagi aralashmasi va formamid bilan to'yintirilgach, yuqoridan pastga harakatlanuvchi fazada olib boriladi. Qo'zg'aluvchi faza 30 sm masofa bosib o'tgach uni kameradan olinib, 120⁰ C haroratda 1 soat davomida quritgich shkafida quritiladi. So'ngra xromatografik qog'oz 15 hajm 25% uchxlor sirka kislotasining spirtidagi eritmasi va 1 hajm yangi tayyorlangan 3% xloramin B eritmasi aralashmasi bilan purkaladi. Xromatogramma 80⁰C haroratda 5 daqiqa quritilib, ulrabinafsha nurida ko'riladi. Bunda digitoksinga xos sariq rangli bitta dog' ko'rinishi lozim. Boshqa aralashmalar bo'lishi taqiqlanadi.

Askorbin kislotasi tarkibidagi yot moddalarini qog'oz xromatografiyasi usulida aniqlash.

Askorbin kislotasi tabiiy meva va o'simliklar sharbatlarida saqlanadi.

Askorbin kislotasi saqlagan suyuqlikka (yoki o'simlik sharbatiga) xromatografik qog'ozga o'tkazishdan oldin metofosfat kislotasi, sirka kislotasi yoki shavel kislotasi stabilizator sifatida qo'shiladi.

Zarur (kamera o'lchamiga mos) xromatografik qog'oz tasmasi kesib olingach, uni nam kamerada osib namlik bilan to'yintiriladi.

So'ng qog'oz lentalarida start nuqtasi belgilanib, stabilizator qo'shilgan o'simlik meva sharbati kapillyar naycha yordamida tomiziladi. Shu chiziqda 2 sm masofada toza askorbin kislotasi eritmasi tomiziladi. Namlik ketgach xromatografik tasma pastdan yuqoriga ko'tarilishiga moslab, n-butanol: sirka kislotasi: suv (4:1:5) - nisbatdagi aralashmasi bilan to'yintirilgan kameraga joy-lashtiriladi. Qog'ozlar kameradan olinib, havoda quritiladi hamda reaktivlar bilan purkaladi.

Qog'ozni AgNO₃ ning ammiakli eritmasi bilan purkalsa askorbin kislotasi

$R_f = 0,37$ ga teng sariq-qo'ng'ir dog' beradi. Digidro askarbin kislotasi $R_f=0,41$ ga teng qo'ng'ir dog' hosil qiladi.

Erituvchi sistemasi sifatida boshqa sistemalar ham taklif etilgan.

Askorbin kislotasi tez oksidlanadi, shuning uchun tahlillarni tez bajarish talab qilinadi.

Mustaqil holda xar bir talaba yuqorida ko'rsatilgan dori vositalaridan birortasini (o'qituvchi ko'rsatmasi bo'yicha) qog'oz xromatografik tahlil usuli yordamida sofliqi aniqlanadi va xromatogramma natijasi o'qituvchi tomonidan ko'rib tasdiqlangach, ish daftariga tahlil natijasini yozib qo'yiladi.

TALABALAR BILIMINI TEKSHIRISH UCHUN SAVOLLAR

1. Xromatografik jarayon uchun qo'llaniladigan qog'ozlar qanday talablarga javob berishi kerak?

2. Xromatografik qog'ozlar qanday reaktivlar bilan ishlanadi? Maqsad nimalardan iborat? Misollar keltirib tushuntiring.

3. Maxsus xromatografik qog'ozlar bo'lmasa, qanday qog'ozlarni qo'llash mumkin?

4. Sanoatda qanday xromatografik qog'ozlar chiqariladi? Ulardagi belgilar nimani ko'rsatadi?

5. Xromatografik qog'ozlar sifati qanday aniqlanadi?

6. Hidrofil xususiyatli xromatografik qog'oz qanday aniqlanadi va qanday moddalar tahlili uchun yaroqli xisoblanadi?

7. Hidrofob xususiyatli xromatografik qog'ozni qanday tayyorlash mumkin?

8. Xromatografik qog'ozlar qanday atsetirlanadi?

9. Xromatografik qog'ozning gidrofobligi qanday tekshiriladi?

10. Hidrofoblangan xromatografik qog'ozlar qanday moddalar tahlili uchun qo'llanadi?

11. Xromatografik qog'ozda moddalar taqsimlanish mexanizmini qanday izohlaysiz?

12. Qog'oz xromatografiyasida qaysi modda qo'zg'almas faza sifatini bajaradi?

13. Xromatografik tahlilda «start nuqtasi, yoki «start» chizig'i qanday belgilanadi?

14. Tekshiriluvchi numunalar xromatografik qog'ozdagi «start» belgisiga qanday o'tkaziladi?

15. Xromatografik tahlilida qo'llaniladigan qo'zg'aluvchi fazani izohlang. Ular qanday tanlanadi?

16. R_f - koeffitsienti nima? Uni qanday aniqlanadi?

17. R_f - ko'rsatkichi qanday ko'rsatkich?

18. Qog'oz xromatografiyasining qanday variantlarini bilasiz?

19. Bir tomonlama xromatografik jarayonlar qanday variantlarini bilasiz?

20. Ikki tomonlama xromatografik jarayonlar variantlarini izohlang?

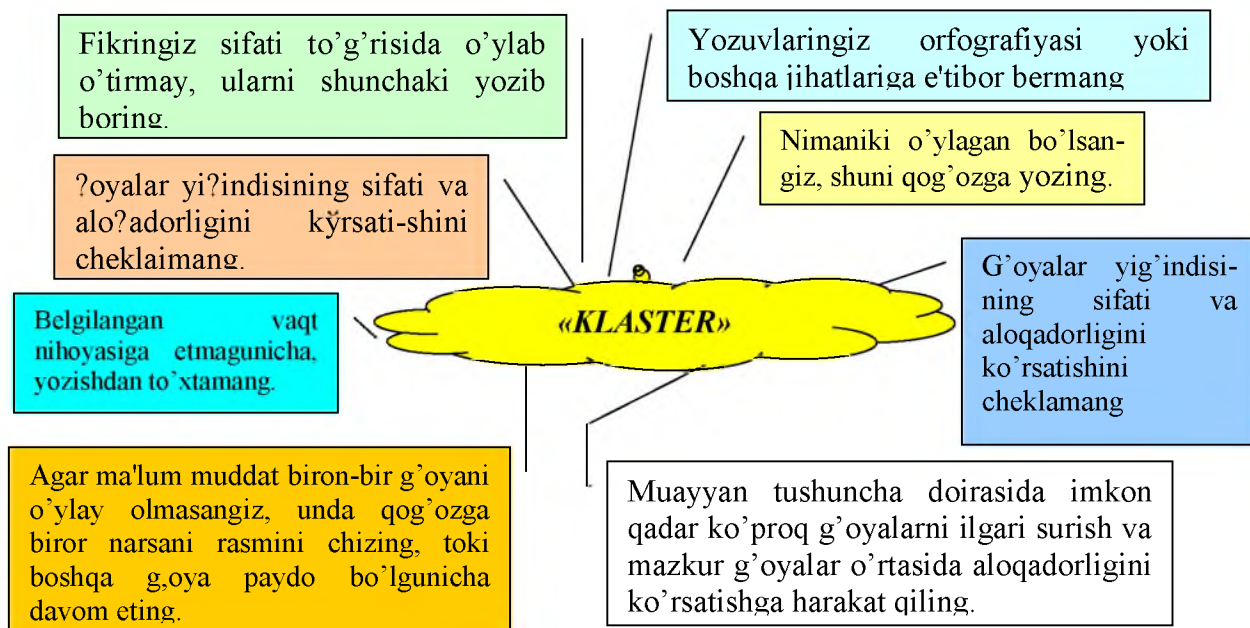
21. Aylanma (radial) xromatografik jarayonni izohlang?

22. Qog'ozdagi kolonkali xromatografik jarayonni izohlang?



«KLAUSTER» TRENINGI

“Klaster” treningi bo'yicha “ho'l mineralizatsiya” so'ziga mantiqiy zanjir tuzing (10 daqiqa ichida). Klaster treningidan foydalanishda quyidagi shartlarga rioya qilish talab etiladi*:



* **“Klaster(Tarmoqlar) treningi** ”fikrlarni tarmoqlanishi – bu pedagogik strategiya bo'lib, u o'quvchilarni biron bir mavzuni chuqur o'rganishga yordam beradi, o'quvchilarni mavzuga taaluqli tushuncha yoki aniq fikrni erkin va ochiq ravishda ketma-ketlik bilan uzviy bog'lagan holda tarmoqlashlariga o'rgatadi. Bu usul biron bir mavzuni chuqur o'rganishdan avval o'quvchilarni fikrlash faoliyatini jadallashtirish hamda kengaytirish uchun xizmat qilishi mumkin. Shuningdek, o'tilgan mavzuni mustaxkamlash, yaxshi o'zlashtirish, umumlashtirish hamda o'quvchilarni shu mavzu bo'yicha tasavvurlarini chizma shaklida ifodalashga undaydi. Bu esa o'quvchilarga o'z bilimlari, tushunishlari va tasavvurlari darajasini aniqlashga yordam beradi.

15- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. QOG'OZ XROMATOGRAFIYASI USULIDA RUTINNI TAHLIL QILISH

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. Qog'oz xromatografiya usuli haqida ma'lumot.
2. Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.

Mashg'ulotmaqsadi: Talabalarni qog'ozdabajariluvchi taqsimlash xromatografiyasi variantlari bilan tanishtirish. Qog'oz xromatografiyasidagi qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar haqida to'liq ma'lumot berish. Laboratoriya ishlar bajarish uchun qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan talablar, ularning turlari, tozalash, gidrofillik, gidrofob xromatografik qog'ozlarni tayyorlashni o'rganish. Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davridakutilayotgan natijalar:

- Laboratoriya ishlar bajarish uchun qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan talablar, ularning turlari, tozalash, gidrofillik, gidrofob xromatografik qog'ozlarni tayyorlashni o'rganish
- Dori vositalarini qog'oz xromatografiyasi yordamida sifatini aniqlash imkoniyatlari bilan tanishtirish.;

Laboratoriya mashg'ulotlarinio'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruzatmatni, o'quv qo'llanmalar, xromatografik qog'ozlar, kolonka, qozg'aluvchi fazalar, chizg'ich, purkagich,

UB-lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari :Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan xromatografik qog'ozlarga qo'yiladigan talablar

Taqsimlanish xromatografiyasi usulida ishlatiladigan qog'ozlarga quyidagi talablar qo'yiladi.

Qog'oz kimyoviy toza bo'lishi, kimyoviy nuqtai-nazardan neytral bo'lishi, bir xil zichlikka ega bo'lishi, erituvchilarni bir xil tezlikda harakatlanishini ta'minlashi lozim bo'ladi. Bundan tashqari qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan qog'oz strukturasi, qog'oz tolalarini joylashishi ham asosiy talablardan xisoblanadi.

Dori vositalarini xromatografik tahlil qilishda qo'llanadigan va sanoatda ishlab chiqarilgan qog'ozni turli reagentlar bilan ishlanadi. Masalan: ami-nosirka kislota, trilon B, 8-oksixinolin va boshqalar. Bu reaktivlar qog'oz tarkibidagi turli noorganik moddalar bilan kompleks birikmalar hosil qiladi. Hosil bo'lgan kompleks birikmalar turli erituvchilar bilan yuvib tashlanadi.

Xromatografik qog'oz sifatida maxsus tayyorlangan qog'ozlardan tashqari zichligi yuqori bo'lgan filtr qog'ozlar, vatman xromatografik qog'ozlarini ham ishlatish mumkin.

Odatda to'rt xil xromatografik qog'ozlar ishlab chiqiladi. N1,2,3,4. Ular tolalarini zichligi, erituvchilarni qo'zg'alishi tezligi bilan bir-biridan farqlanadi.

N1,2 raqamli xromatografik qog'ozlar zichligi kam bo'lgani uchun ular "tez", 3, 4 raqamlilar esa zichligi yuqori bo'lgani uchun "sekin" xromatogramma olinuvchi xromatografik qog'ozlar deb yuritiladi.

Xromatografik qog'ozni asosan uni 1 m² hajmini og'irligi (gr.), qatlam qalinligi (mm), vaqt birligida erituvchini, suvni hamda n-butanol - sirka kislota - suv (4:1:5) aralashmasini qo'zg'alish vaqti xisobi bilan belgilanadi.

Aniq xromatogramma olishda, ya'ni moddalar aralashmasini aniq ajralishini ta'minlashda qog'oz tolalarini erituvchini yurish yo'li bo'yicha joylashishi katta ahamiyatga ega.

Qog'oz xromatografiyasida qo'llaniladigan qog'oz o'z tarkibida ma'lum miqdorda qo'zg'almas faza ya'ni suv saqlashi lozim. Odatda xromatografik qog'oz gidrofil bo'ladi, chunki qog'oz tarkibida 20-22% suv saqlaydi.

XROMATOGRAFIK QOG'OZLARNI GIDROFOBLASH

Suvda erimaydigan moddalarni ajratishda qog'ozni gidrofil holatidan gidrofob holatiga o'tkaziladi. Buning uchun quyidagi usullardan foydalaniladi: qog'ozni turli gidrofob moddalar bilan shimdirish va qog'ozni atsetillash.

Masalan: qog'ozni 1% parafinni petroleyn efridagi eritmasi bilan shimdirish, 0,5% kauchukni benzoldagi eritmasi bilan shimdirish, 1-2% tozalangan o'simlik yog'ini etil efridagi eritmasi bilan shimdirish.

Qog'ozni atsetirlash uchun uni atsetirlovchi aralashma bilan shimdiriladi. Atsetirlovchi aralashma 90 ml sirka angidridi, 10ml petroleyn efridi, 8-10 tomchi konsentrlangan sulfat kislota aralashmasidan tayyorlanib, qog'oz shu aralashmaga 45 daqiqaga bo'ktiriladi, so'ngra uni olib, oqar suvda 15 daqiqa davomida yuviladi, 10-15 daqiqa distillangan suvda qoldirilib, so'ng yuviladi va quritiladi.

Yuqoridagi usullarda ishlangan qog'ozni gidrofobligi tekshiriladi. Buning uchun qog'ozga bir tomchi suv tomiziladi. Bunda suv tomchisi qog'ozni namlamasdan uni yuzasidan oqib tushib ketishi lozim.

Gidrofoblangan qog'ozda bajariladigan xromatogramma asosan suvda erimaydigan yoki yomon eriydigan moddalarga nisbatan keng qo'llaniladi. Gidro-foblangan xromatografik qog'ozda qo'zg'almas faza sifatida qutbsiz erituvchi, qo'zg'aluvchi faza sifatida qutbli erituvchilar olinadi.

MODDALARNI XROMATOGRAFIK QOG'OZDA TAQSIMLANISH NAZARIYASI

Xromatografik qog'oz o'z g'ovaklarida havodan shimilgan namlik xisobiga 22% gacha suv saqlaydi. Ana shu namlik qog'ozda qo'zg'almas faza vazifasini o'taydi.

Xromatografik jarayonni bajarish uchun zarur bo'lgan qog'oz o'lchami qirqib olingach, uning bir tomoniga (start), qirg'og'idan 2-3 sm yuqorida nuqtalar belgilanib, tekshiriluvchi namuna eritmasi kapillyar naychalar yordamida shimdiriladi, bunda shimilishdan hosil bo'ladigan namlik diametri 0,5 sm dan oshmasligi kerak. Nuqta qurigach xromatografik lenta avvaldan qo'zg'aluvchi faza porlari bilan 20-30 daqiqa davomida to'yintirilgan kolonkaga joylashtiriladi.

Xromatografik jarayon davomida nuqtaga shimdirilgan modda qo'zg'aluvchi fazaga o'tadi va qog'oz kapillyarlari bo'ylab turli tezlikda harakatlanadi.

Bunda moddalar qog'ozdagi saqlagan namlik (qo'zg'almas faza) va erituvchi (qo'zg'aluvchi faza) orasida qayta taqsimlanadi.

Moddalarni qog'oz lentasi bo'yicha taqsimlanishi R_f koeffitsienti bo'yicha aniqlanadi (R_f qanday aniqlanadi). R_f qiymatiga qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi fazalar hamda aniqlanuvchi moddalar xarakterlari, kameraning erituvchi sistema porlari bilan to'yinganligi, eksperiment olib borish sharoitlari (harorat, bosim, namlik darajasi) ta'sir ko'rsatadi.

Shuning uchun R_f qiymati nisbiy bo'lib, moddalar sifatini aniqlashda yo'naltiruvchi ahamiyatga ega.

Qog'oz xromatografiyasi variantlari bir tomonlama yuqoridan pastga, bir tomonlama pastdan yuqoriga, ikki tomonlama xromatografik usulda, aylana (radial) xromatografik usulda, qog'oz kolonkali xromatografiyasi hamda elektroforetik xromatografik taqsimlanish usullaridan iborat.

Rutinning chinligini va tozaligini qog'oz xromatografiya usulida aniqlash

Rutin, Rutinium, 3-ramnoglikozid-3,5,7,3,4 - pentaksiflavon

0,01 g rutin (aniq tortma) 10 ml 95% li etil spirtida suvli hammom ustida eritiladi, so'ngra sovitiladi, hosil bo'lgan eritmadan kapillyar yordamida olib xromatografik qog'ozning start chizig'iga nuqtasimon ko'rinishida tomiziladi. Xromatografik qog'oz yaxshilab havoda quritiladi va n-butanol, sirka kislota va suvdan (4:1:5) tayyorlangan erituvchilar aralashmasi bilan to'yingan xromatografik kolonkadan olinadi va havoda erituvchilarning hidi ketguncha quritiladi.

Quritilgan xromatografik "UB-254" nuri oqimida ko'riladi. Bunda rutin moddsining to'q jigarrangdagi faqat bitta dori ko'rinadi.

Keyinchalik xromatogramma natriy gidroksidning 10% eritmasi bilan purkaladi, natijada dog' rangga bo'yaladi. Rutin dog'ning R_f qiymati hisoblanadi.

$$R_f = a/b$$

Bu yerda, a - xromatogrammadagi dog'ning bosib o'tgan masofasi, sm;

b - erituvchilar aralashmasining bosib o'tgan masofasi, sm;

Digitoksin tarkibida aralashma holdagi turli glyukozidlarni qog'oz xromatografiyasi yordamida aniqlash

2 x 50 sm o'lchamda qirqib olingan hamda 20% formamidni metil spirtidagi eritmasi bilan 5 daqiqa davomida shimdirilgan «tez» xromatografik qog'ozga 0,02 ml digitoksinni 0,01% spirt-xloroform (1:1) nisbatdagi aralashmasidagi eritmasidan start chizig'iga o'tkaziladi.

Xromatogramma ksilol: metil-etil keton (1:1) nisbatdagi aralashmasi va formamid bilan to'yintirilgach, yuqoridan pastga harakatlanuvchi fazada olib boriladi. Qo'zg'aluvchi faza 30 sm masofa bosib o'tgach uni kameradan olinib, 120⁰ C haroratda 1 soat davomida quritgich shkafida quritiladi. So'ngra xromatografik qog'oz 15 hajm 25% uchxlor sirka kislotasining spirtidagi eritmasi va 1 hajm yangi tayyorlangan 3% xloramin B eritmasi aralashmasi bilan purkaladi. Xromatogramma 80⁰C haroratda 5 daqiqa quritilib, ultrabinafsha nurida ko'riladi. Bunda digitoksinga xos sariq rangli bitta dog' ko'rinishi lozim. Boshqa aralashmalar bo'lishi taqiqlanadi.

Askorbin kislotasi tarkibidagi yot moddalarni qog'oz xromatografiyasi usulida aniqlash.

Askorbin kislotasi tabiiy meva va o'simliklar sharbatlarida saqlanadi.

Askorbin kislotasi saqlagan suyuqlikka (yoki o'simlik sharbatiga) xromatografik qog'ozga o'tkazishdan oldin metofosfat kislotasi, sirka kislotasi yoki shavel kislotasi stabilizator sifatida qo'shiladi.

Zarur (kamera o'lchamiga mos) xromatografik qog'oz tasmasi kesib olingach, uni nam kamerada osib namlik bilan to'yintiriladi.

So'ng qog'oz lentalarida start nuqtasi belgilanib, stabilizator qo'shilgan o'simlik meva sharbati kapillyar naycha yordamida tomiziladi. Shu chiziqda 2 sm masofada toza askorbin kislotasi eritmasi tomiziladi. Namlik ketgach xromatografik tasma pastdan yuqoriga ko'tarilishiga moslab, n-butanol: sirka kislotasi: suv (4:1:5)-nisbatdagi aralashmasi bilan to'yintirilgan kameraga joy-lashtiriladi. Qog'ozlar kameradan olinib, havoda quritiladi hamda reaktivlar bilan purkaladi.

Qog'ozni AgNO_3 ning ammiakli eritmasi bilan purkalsa askorbin kislotasi

$R_f = 0,37$ ga teng sariq-qo'ng'ir dog' beradi. Digidro askorbin kislotasi $R_f=0,41$ ga teng qo'ng'ir dog' hosil qiladi.

Erituvchi sistemasi sifatida boshqa sistemalar ham taklif etilgan.

Askorbin kislotasi tez oksidlanadi, shuning uchun tahlillarni tez bajarish talab qilinadi.

Mustaqil holda xar bir talaba yuqorida ko'rsatilgan dori vositalaridan birortasini (o'qituvchi ko'rsatmasi bo'yicha) qog'oz xromatografik tahlil usuli yordamida softligi aniqlanadi va xromatogramma natijasi o'qituvchi tomonidan ko'rib tasdiqlangach, ish daftariga tahlil natijasini yozib qo'yiladi.

TALABALAR BILIMINI TEKSHIRISH UCHUN SAVOLLAR

23. Xromatografik jarayon uchun qo'llaniladigan qog'ozlar qanday talablarga javob berishi kerak?

24. Xromatografik qog'ozlar qanday reaktivlar bilan ishlanadi? Maqsad nimalardan iborat? Misollar keltirib tushuntiring.

25. Maxsus xromatografik qog'ozlar bo'lmasa, qanday qog'ozlarni qo'llash mumkin?

26. Sanoatda qanday xromatografik qog'ozlar chiqariladi? Ulardagi belgilar nimani ko'rsatadi?

27. Xromatografik qog'ozlar sifati qanday aniqlanadi?

28. Gidrofil xususiyatli xromatografik qog'oz qanday aniqlanadi va qanday moddalar tahlili uchun yaroqli xisoblanadi?

29. Gidrofob xususiyatli xromatografik qog'ozni qanday tayyorlash mumkin?

30. Xromatografik qog'ozlar qanday atsetirlanadi?

31. Xromatografik qog'ozning gidrofobligi qanday tekshiriladi?

32. Gidrofoblangan xromatografik qog'ozlar qanday moddalar tahlili uchun qo'llanadi?

33. Xromatografik qog'ozda moddalar taqsimlanish mexanizmini qanday izohlaysiz?

34. Qog'oz xromatografiyasida qaysi modda qo'zg'almas faza sifatini bajaradi?

35. Xromatografik tahlilda «start nuqtasi, yoki «start» chizig'i qanday belgilanadi?

36. Tekshiriluvchi numunalar xromatografik qog'ozdagi «start» belgisiga qanday o'tkaziladi?

37. Xromatografik tahlilida qo'llaniladigan qo'zg'aluvchi fazani izohlang. Ular qanday tanlanadi?

38. R_f - koeffitsienti nima? Uni qanday aniqlanadi?

39. R_f - ko'rsatkichi qanday ko'rsatkich?

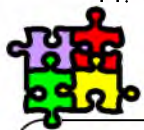
40. Qog'oz xromatografiyasining qanday variantlarini bilasiz?

41. Bir tomonlama xromatografik jarayonlar qanday variantlarini bilasiz?

42. Ikki tomonlama xromatografik jarayonlar variantlarini izohlang?

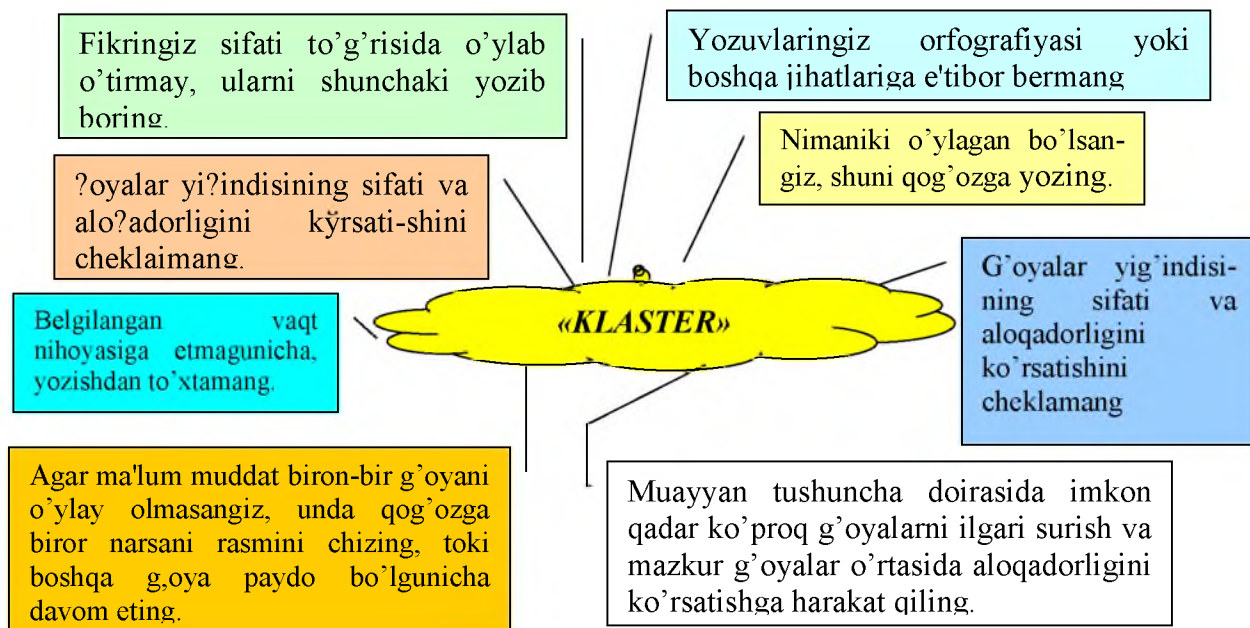
43. Aylanma (radial) xromatografik jarayonni izohlang?

44. Qog'ozdagi kolonkali xromatografik jarayonni izohlang?



«KLASTER» TRENINGI

“Klaster” treningi bo'yicha “ho'l mineralizatsiya” so'ziga mantiqiy zanjir tuzing (10 daqiqa ichida). Klaster treningidan foydalanishda quyidagi shartlarga rioya qilish talab etiladi*:



* **“Klaster(Tarmoqlar) treningi** ”fikrlarni tarmoqlanishi – bu pedagogik strategiya bo'lib, u o'quvchilarni biron bir mavzuni chuqur o'rganishga yordam beradi, o'quvchilarni mavzuga taaluqli tushuncha yoki aniq fikrni erkin va ochiq ravishda ketma-ketlik bilan uzviy bog'lagan holda tarmoqlashlariga o'rgatadi. Bu usul biron bir mavzuni chuqur o'rganishdan avval o'quvchilarni fikrlash faoliyatini jadallashtirish hamda kengaytirish uchun xizmat qilishi mumkin. Shuningdek, o'tilgan mavzuni mustaxkamlash, yaxshi o'zlashtirish, umumlashtirish hamda o'quvchilarni shu mavzu bo'yicha tasavvurlarini chizma shaklida ifodalashga undaydi. Bu esa o'quvchilarga o'z bilimlari, tushinishlari va tasavvurlari darajasini aniqlashga yordam beradi.

16- LABORATORIYAMASHG'ULOTI. YUPQAQATLAMXROMATOGRAFIYA USULINING MOHIYATI YUQX USULI UCHUN PLASTINKA TAYYORLASH.

Laboratoriyamashg'ulotining rejası

- 1.Yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyat va usuli haqida ma'lumot.
- 2.Yupqa qatlam sorbentli plastinkalar tayyorlash. Aktivlik darajalarini oshirish va aktivligini aniqlash sharoitlarini taxlil qilish.

Mashg'ulotmaqsadi:Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Yupqa qatlam xromatografiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davridakutilayotgan natijalar:

Talabalarni yupqa qatlam xromatografiyasida qo'llaniladigan sorbentlar, ularga qo'yiladigan talablar, sorbentlarni yot qo'shimchalardan tozalash, ularni aktivlik darajalarini oshirish va aktivligini aniqlash sharoitlarini taxlil qilish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar:Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar,xromatografik plastinkalar, kolonka, qozg'aluvchi fazalar, chizg'ich, purkagich, UB-lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Yupqa qatlam xromatografiyasida qo'llaniladigan sorbentlar, ularga qo'yiladigan talablar, sorbentlarni yot qo'shimchalardan tozalash, ularni aktivlik darajalarini oshirish va aktivligini aniqlash sharoitlarini taxlil qilish.

Plastinkalarni sorbent o'tkazish uchun tayyorlash.

Yopishtirilmagan yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlash, uni qulayliklari va kamchiliklari bilan tanishtirish.

Yopishtirilgan plastinkalar tayyorlash uchun sorbentga qo'shilishi mumkin bo'lgan biriktiruvchi moddalar, ularni tozalash va tayyorlashni o'zlashtirish.

Yopishtirilgan plastinkalar tayyorlash uchun sorbent, yopishtiruvchi aralashmasi va suv tarkibli massa tayyorlab uni, plastinka yuzasiga o'tkazish, tekislash, quritish, aktivlash va saqlashni o'zlashtirish.

Sorbentlar

Aralashma moddalarning yupqa qatlam xromatografiya (YUQX) usuli bilan ajratib olishni asosiy faktorlaridan biri sorbentlarning to'g'ri tanlashdir. Sorbent adsorbsiyani, ion almashinishini, qo'zg'aluvchi fazani xarakatlanishini ta'minlashi va molekulyar elak vazifasini bajarishi mumkin. Xromatografik jarayonni qo'yilgan talabga qarab, mos sorbent tanlanadi.

Amaliyotda sorbentlarni tanlashda ularda ajraladigan moddalar xarakteriga ahamiyat beriladi. Avvaliga xromatografik ajraladigan moddaning erituvchilarda eruvchanlik xususiyati aniqlanadi. YA'ni moddaning gidrofil yoki gidrofob xossalriga e'tibor beriladi, xamda funksional guruxlarning tabiatiga ahamiyat beriladi.

SHundan keyin ularni kislotali, neytral va amfoterli xususiyatiga egaligi aniqlanadi. Nihoyat sorbent modda bilan kimyoviy bog' hosil qilaolishi va sorbent xamda bog'lovchi materiallar ta'sirida kimyoviy bog'larning o'zgarishi tekshiriladi.

YUQX usulida sorbent sifatida silikagel, alyuminiy oksidi, selluloza yoki turli xil yuqori adsorbsion xususiyatga va past sig'imga ega bo'lgan bosh adsorbent moddalar olinadi.

Adsorbsion YUQX si uchun barcha ma'lum bo'lgan silikagel markalaridan eng yaxshisi KSK hisoblanadi. Bu marka plastinkada mustahkam yopishqoq qavat hosil qiladi. Talab bo'yicha chegaralangan yuzasi 338-650 m²/g, hajmi 1,19 - 0,76 sm³/g bo'lishi kerak. YUQX uchun zarrachalarning o'lchami 0,1-0,07mm bo'lishi kerak. Plastinkaga o'tkazish uchun silikagel suvda, etil spirtida yoki boshqa maxsus tarkibli suyuqlikda 1:2 nisbatda aralashtiriladi. Plastinkadagi qatlam qalinligi 250mmk bo'lishi talab qilinadi

Yupqa qatlamli xromatografiya uchun qo'llaniladigan sorbentlar xarakteristikasi

Sorbent	pH	Bog'lovchi qo'shilmasi	Zarrachalar o'lchami, mkg
Silikagel Merk (FRG) 60G 60GF ₂₅₄	6.8-7.0 6.8-7.0	13%gips 13%gips+f.i.	10-40 10-40
Silikagel (CHSSR) L _{s/40} (L _{s/40}) LL ₂₅₄ (LL ₂₅₄) LS _{s/40} (LS _{s/40}) LSL ₂₅₄ (LSL ₂₅₄)	6-7 6-7 6-7 6-7	yo'q Fi ₂₅₄ 13%gips 13%gips	5-40
Alyuminiy oksidi Merk G (tip 60/E) GF ₂₅₄ (tip 60/E)	7,5 7,5	9-10 %gips 9-10%gips+f.i.	10-40 10-40
Alyuminiy oksidi Woelm (FGR) asosli (DS) neytral (DS)	9	yo'q	30

kislotali (DS)	7,5	yoʻq	30
GDC	4	yoʻq	30
		10% gips	30
Magniy silikat Woelm (FGR)	10	Mg-SiO ₂ (2%)	30

Koʻpchilik chet el firmalari YUQX uchun tayyor silikagelli plastinkalar ishlab chiqariladi. Bunday plastinkada mustahkam qavat hosil qilgan alyuminiy oksid markasi ishlatiladi. Xromatografiya uchun alyuminiy oksidining asosan neytral va kislotali formasi qoʻllaniladi.

Neytral formasi suvsiz moddalar eritmasidan, alkan, aldegid, spirt, fenollar xosilalarini ajratishga yaxshi yordam beradi. Kislotali formasi esa karbon kislotalar va turli xil kislotali xarakterga ega boʻlgan moddalar aralashmasini ajratish uchun qoʻllaniladi. Sorbentlarning aktivligi ularning oʻz tarkibida saqlagan suv miqdori bilan bogʻliq. Alyuminiy oksidining aktivligini aniqlashda uglerod IV xlor sistemasida boʻyoq standart moddalar toʻplamidan foydalanib, yupqa qatlam xromatografik jarayon oʻtkaziladi. Standart boʻyoq moddalarning plastinkalardagi Rf koʻrsatkichlari aniqlanib, jadval bilan solishtiriladi va aktivligi aniqlanadi.

**Tarkibida alyuminiy oksid saqlagan yupqa
qatlamli plastinkada boʻyoq standartlarning Rf koʻrsatkichlari.**

Boʻyoqlar	Boʻyoqlar boʻyicha aktivlik darajasi			
	IIIIIVV			
Azobenzol	0,59	0,74	0,85	0,95
p-metoksiazobenzol	0,16	0,49	0,69	0,89
Sudan I	0,01	0,25	0,57	0,78
Sudan IV	0,00	0,10	0,33	0,56
p-aminoazobenzol	0,00	0,03	0,08	0,19

YUQX da sorbent sifatida silikagel va alyuminiy oksid bilan bir qatorda yana mayda dispers selluloza kukuni xam qoʻllaniladi. Sellyuloza plastinkada bogʻlovchi materiallarsiz mustahkam qavat hosil qiladi. Ular aminogurux bilan tugallanadigan, nitril bogʻ va aldegidlarni adsorbsiyalovchi organik polimerlar hisoblanadi. Poliamidlarning kation almashuv xususiyatini oxirgi karboksil gruppalar, amil almashinuvini esa amino gruppalar taminlaydi.

Poliamidlar polyarsiz moddalarni adsorbsiyalash xarakteriga ega.

Erituvchilarni elyuatrop qatori quyidagi tartibda boʻladi:

suv<etanol<metanol<atseton<natriy gidrooksid eritmasi <formamid<dimetilformamid.

CHidamsiz va turli xil nordonlashtirilgan poliamidlar konsentrlangan kislota va turli xil organik kislotalarda, erituvchilarda eritiladi. Ular ishqorda kuchsiz kislotalarda, organik erituvchilarda erimaydi. Poliamid kukuni aralashmasini plastinkaga oʻtkazish uchun suvda emas, balki metil va etil spirtida suspenziya tayyorlab olinadi. Bu poliamidlarni gidrofobligi bilan bogʻliq. Bunda erituvchilar kukuni massasidan 3-4 marta koʻp olinadi. Poliamidlar uchun bogʻlovchi sifatida kraxmal ishlatiladi. Aralashma platinkada qizdirmasdan quritiladi. Poliamidlar yuqori sorbsion sigʻimga egaligi va yaxshi tanlanuvchanligi, jarayonlarga toʻliq qoʻshila olishi uchun YUQX da keng qoʻllaniladi. Amaliyotda sorbentlar tayyorlash uchun ularning moddalarni ajra olish xususiyati asos qilib olingan. Avval xromatografik ajratilishi zarur boʻlgan moddalarni eruvchanligi koʻriladi. Ularni gidrofil va gidrofob xususiyatga egaligi aniqlanadi. Funktsional guruxlar tabiati aniqlanadi, shundan keyin kislotali, neytral va amfoter xususiyatga egaligiga axamiyat beriladi. Nihoyat sorbentlar bilan kimyoviy bogʻ hosil qila olishi va sorbent va bogʻlovchi materiallar taʼsirida kimyoviy bogʻlar oʻzgarishi tekshiriladi.

YUQX uchun qoʻllaniladigan tayyor plastinkalar

Silufol: tagli sifatida - alyuminiy folgasi, sorbent-yirik g'ovakli silikageldan foydalaniladi.

UB 254li silufol yuqoridagi tarkibga qo'shimcha fluoressentlanuvchi indikatorlar qo'shib tayyorlanadi.

Silpiril: tagli - alyuminiy folgasi, sorbent yirik g'ovakli silikagel, bog'lovi modda kraxmal.

Diafol: sorbent diostolit UB 254 saqllovchi fluoressentli indikatorlar bilan aktivlangan silufol plastinkasi.

Tayyor plastinkalar xromatografiya kamerasida distillangan suvda yuvilib, 4 daqiqa davomida 65⁰S quritgich shkafida quritiladi. So'ngra xromatografik aniqlash uchun ishlatiladi.

Yupqa qatlam sorbentli plastinkalar tayyorlash.

1. Silikagel sorbent kukunini tayyorlash. KSK silikagel sorbentini tayyorlash uchun ular avval aralashmalardan tozalanadi. SHu maqsadda uni 18-20 soatga 1:1 nisbatda suyultirilgan xlorid kislotaga solib qo'yiladi. So'ng kislotaga to'kib yuboriladi. Silikagelni suv bilan yuviladi va 2 - 3 soat nitrat kislotaga suv 1:1 nisbatdagi aralashmasi bilan chayqatiladi. Kislotalar bilan ishlov berilgan silikagelni oddiy suvda yuvib, so'ng neytrallanguncha distillangan suv bilan yuviladi. SHundan so'ng 130⁰S 4-6 soat davomida quritgich shkafida quritilib, silikagelni maydalab 1 sm² da 1600 gacha teshikli elakda elanadi. Tayyor sorbent og'zi zich berkiladigan idishlarda saqlanadi.

2. Gips kukuni tayyorlash. Gipsni ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{N}_2\text{O}$) 6 soat davomida 160⁰S da quritgich shkafida qizdiriladi. So'ng gipsni forfor xavonchada dastak bilan maydalanadi va elakdan o'tkaziladi.

3.Sorbsion massa tayyorlash va plastinkalarga o'tkazish.

a)Silikagelli (kraxmalli) plastinkalar tayyorlash SHSK yoki KSK-2 markali silikagel sorbsion massasi tayyorlash uchun 40 g silikagelga 1 g eruvchan kraxmal qo'shib yaxshilab xavonchada aralashtirilgach 1:2 nisbatda suv qo'shib bir xil massa hosil bo'lguncha aralashtiriladi. Massa 10ta 9x20 sm plastinka yuzasiga mo'ljallangan bo'lib, xar bir plastinkaga barobar bir xilda taqsimlanadi, yupqa silliq qatlam xosil qilinadi,quritiladi,aktivlanadi va saqlanadi.

b)Gipsli silikagelli plastinka tayyorlash uchun 9 - 12 sm li bo'lgan 10 plastinkaga 35 g silikagel KSK, 2 g gips va 90 ml distillangan suvdan foydalaniladi. Gips va silikagelni chinni tovoqchada yaxshilab aralashtirilgach suv qo'shiladi va bir xil massa hosil bo'lguncha aralashtiriladi, so'ngra plastinkalar yuzasiga o'tkaziladi.

4.Alyuminiy oksidli va gipsli plastinkalar tayyorlash.

10 ta plastinkaga sorbsion massa tayyorlash uchun elakdan o'tkazilgan 50 g alyuminiy oksidi, 5 g gips va 75 ml distillangan suv olinadi. Alyuminiy oksidi bilan gips yaxshilab chinni tovoqchasida dastak bilan aralashtiriladi. Distillangan suv qo'shib bir xil massaga kelguncha aralashtiriladi va plastinkalar yuzasiga o'tkaziladi.

Tayyorlangan plastinkalarda sorbent qatlamlari bir xil joylashishi katta ahamiyatga ega. SHunday tayyorlangan plastinkalar avval xona xaroratida, so'ng quritish shkafida 110⁰ S.da 1soat davomida quritilib, germetik berkiladigan, namlikni shimuvchi tuzlar solingan eksikatorlarda saqlanadi.

YO'pishtirilmagan (mustahkamlanmagan) plastinkalar tayyorlash.

Buning uchun yuqorida eslatilgandek aniqlanuvchi modda xarakteriga ko'ra, yopishtirilgan plastinkalar tayyorlash uchun qo'shiladigan yopishtiruvchi moddalar ta'siri bo'lishini bilgan xolda, moddalarni aniqlash uchun tayyorlanadi.

Tayyor sorbent zarur o'lchamdagi oyna plastinka yuzasiga maxsus oddiy moslamalar yordamida bir xil silliq yuzada 2-3 mm qalinlikda yoziladi.

Kamchiligi imkoni boricha gorizontol xolatda xromatografik jarayon o'tkazilishi talab qilinadi. Uzoq saqlashga zarurat yo'q.

Mustaqil tayyorlanish uchun savollar

1. Sorbentlarga qo'yiladigan asosiy talablar nimalardan iborat?
2. Sorbsiya jarayonini izoxlang.
3. Sorbentning adsorbsion xususiyatini qanday izoxlaysiz?

4. Adsorbsiya nima? Uni qanday izoxlaysiz?
5. Desorbsiya nima? Uni qanday izoxlaysiz?
6. Xemosorbsiya jarayonini misollar bilan izoxlab bering.
7. Ionalmashuvchi sorbentlar qanday sorbent xisoblanadi?
8. YUQX qo'llaniladigan sorbentlar xarakteristikasini izoxlang.
9. Sorbentlarning aktivligini qanday izoxlaysiz?
10. Sorbentlarning aktivlik darajasi qanday aniqlanadi?
11. YUQX qo'llanilishi mumkin bo'lgan erituvchilar elyutotropik tartibi qanday?
12. Moddalarni YUQX taxlil qilishdan avval uning qanday xossalari bilishimiz talab qilinadi?
13. Tayyor yupqa qatlamli plastinkalar va ularga xarakteristika bering.
14. Yopishtirilgan yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlashda qo'llaniladigan qo'shimchalar va ularga qanday talablar qo'yiladi?
15. Yopishtirilgan plastinkalarning afzalliklari va kamchiliklari.
16. Yopishtirilmagan plastinkalar, ularni qaysi xolatlarda qo'llaniladi? Afzalliklari va kamchiliklari.
17. Yopishtirilgan xromatografik plastinkalarga izox bering.
18. Yopishtirilmagan xromatografik plastinkalarga izox bering.

Navbatdagi amaliy mashg'ulot o'tkazish uchun topshiriqlar.

Talabalar kelgusi amaliy mashg'ulot uchun metodik qo'llanma asosida ish daftarlarini yozib kelishlari, kislotali, neytral va kuchsiz asos xossali moddalarni yupqa qatlam xromatografik tanlov («skrining») usulida aniqlash tartibi bo'yicha berilgan savollarga javob tayyorlab kelishlari talab qilinadi.

17- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. YUQX USULIDA DORI PREPARATLARINING TAHLILI

Laboratoriyamashg'ulotining rejasi

1. YUQX usulida dori preparatlarining tahlili

2. YUqqa qatlam sorbentli plastinkalar tayyorlash. Aktivlik darajalarini oshirish va aktivliginianiqlash sharoitlarini taxlil qilish.

Mashg'ulotmaqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni YUQX usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davridakutilayotgan natijalar:

Talabalarni yupqa qatlam xromatografik jarayonida sodir bo'ladigan fizik xodisalar, usulni dori moddalarni aralashmalardan tozalashda, moddalar sifatini aniqlashda qo'llash, uning axamiyati, yupqa qatlam xromatografik taxlil turlari, R_f va $R_{f_{st}}$ ko'rsatkichlari, uni aniqlash shartlari bilan tanishtiriladi.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruzatmatni, o'quvqo'llanmalar, xromatografik plastinkalar, kolonka, qozg'aluvchi fazalar, chizg'ich, purkagich, UB-lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Yupqaqatlamli xromatografiyalash usullari. Kislotali, neytral, kuchsiz asos va asos xossali dori moddalarini yupqa qatlam xromatografik «skrining» usulida aniqlash.

Mashg'ulotda talabalar kislotali neytral va kuchsiz asos xossali dori moddalarni yupqa qatlam xromatografik tanlov («skrining») yordamida bir-biridan ajratish va aniqlash usullari bilan tanishtiriladi.

SHuningdek ayrim berilgan topshiriq asosida kofein xamda uning hosilalarini yupqa qatlam xromatografik ajratish va aniqlash usullarini bajariladi.

Yupqa qatlamli sorbent qoplangan shisha plastinkalarda moddalarni bir-biridan oz vaqt sarflab, tez va oson ajratishga asoslangan bo'lib, dorishunoslikda dori vositalari chinligini, tozaligini va shu asosda miqdori sifatini aniqlashda keng qo'llaniladi.

Usul uchun sorbent va qo'zg'oluvchi fazani to'g'ri tanlash moddalar taxlilini to'g'ri bajarishda katta ahamiyatga ega.

Sorbent va unga shimilgan namlik (suv) va ayrim xollarda maxsus shimdirilgan erituvchilar va ularning aralashmalari qo'zg'olmas faza xisoblanadi.

Qo'zg'oluvchi faza plastinkadagi qoplangan sorbent qatlami bo'ylab xarakatlanishi jarayonida qo'zg'olmas faza saqlovchi sorbentga tomizilgan aralashma komponentlarini eritadi va ularni modda xarakteriga bog'liq xolda xar xil masofalarga taqsimlab joylashtiradi.

Xromatogrammani olish uchun kamera sifatida og'zi zich yopiladigan, tagi yassi turli xajmdagi shisha idishlar ishlatiladi. Idish ostiga 5-7 mm qalinlikda taxlil uchun tayyorlangan qo'zg'oluvchi faza vazifasini o'tovchi erituvchi sistemasi qo'yiladi. Kamera ichki xajmini erituvchi pori bilan to'yintirish maqsadida, uning yon devoriga erituvchi bilan xo'llangan filtr qog'oz yopishtiriladi va 20-30 daqiqa yopiq xolda saqlanadi.

Kamerani erituvchi sistema pori bilan to'yintirish tekshiriluvchi aralashmani ayrim komponentlarga to'g'ri va sifatli taqsimlanishiga yordam beradi.

YUppqa qatlam xromatografiyasi. Asosiy terminlar va variantlari.

YUppqa qatlamli xromatografiya - xromatografiyaning bu varianti shisha plastinkalardagi yupqa qatlamda joylashtirilgan adsorbent qavatida bajariladi.

Ikki yo'nalishli xromatografiya - dastlab bir yo'nalishlarda keyin unga perpendikulyar yo'nalishda amalga oshiriladi. Ikki yo'nalishli xromatografiyada jarayonlar turli xil qo'zg'oluvchi fazalarda amalga oshiriladi.

Qarama - qarshi fazali xromatografiyada qo'zg'olmas faza qutbsiz, masalan: sorbent qatlami uglevododlar yoki silikon shimdirilgan bo'lishi, qo'zg'oluvchi faza esa qutbli bo'lishi mumkin.

Ekstraksion xromatografiya - xromatografik jarayon bajarilgach, modda yig'ilgan zonasidan birikmalarni erituvchilar bilan sorbentdan ekstraksiyalash bilan qayta eritib olib amalga oshiriladi.

Xromatografik dog' - xromatografik analiz qilinuvchi birikma tahminan yumaloq formada yig'ilib, to'plangan joyi.

Start nuqtasi (yoki chizig'i) - sorbent qavatiga xromatografiyalanuvchi moddalarni o'tkaziladigan qism plastinka qirg'og'idan 2-2,5 sm masofada belgilab olinadi. Plastinka ustida joylashtirilgan yupqa qatlamda nuqta yoki chiziq shaklida tekshiriluvchi eritmani kapillyar naycha yordamida joylashtirish bilan amalga oshiriladi.

Xromatografik kameralar - qo'zg'oluvchi faza pori bilan xromatografik kamerani to'yinishi shart.

Erituvchi fronti - erituvchi sistemasi ko'tarilib borgan chegara. R_f - kattaligi start va dog' zonasining markazi va qo'zg'oluvchi faza fronti orasidagi masofalar nisbati, kattalik «O» dan kichik qiymatga ega.

Yopishtirilgan plastinkalar tayyorlashda sorbsion massani tarkibiga kiradigan biriktiruvchi modda sorbent va suv aralashmasidan tayyorlangan massa plastinkaga bir xil yuzada yoyiladi.

Yopishtirilmagan plastinkalarda esa bog'lovchisiz sorbsion xususiyatli modda plastinka yuzasiga bir xil qatlamda yoyiladi.

Ko'tariluvchi xromatografiya - erituvchini kapillyar kuchi yordamida plastinka bo'ylab pastdan yuqoriga ko'tarilishi.

Tushuvchi xromatografiya - erituvchini plastinkadan yuqoridan pastga tushishi.

Gorizontal xromatografiya - plastinkani kamerada gorizontal joylashishi.

YUppqa qavatli xromatografiya uchun adsorbentlar - YUQX uchun alohida adsorbentlar yuqori tozalikdagi bog'lovchi qo'shimasi bilan xamda qo'shimchasiz, shuningdek UB nur ta'sirida nurlanuvchi 284 nm 366 nm gacha fluoressensiya beruvchi qo'shimcha moddalar bilan birga tayyor xolda chiqariladi.

Xromatografik plastinkaga tekshiriluvchi aralashma namunasini o'tkazish va ularni plastinkada taqsimlanish mexanizmi.

Tayyor yupqa qatlamli xromatografik plastinkaga tekshiriluvchi bir yoki ko'p komponentli eritma namunasini o'tkazish uchun avval plastinkaning pastki qismidan 2,0-2,5 sm yuqorisida qalam yoki boshqa ninasimon predmet yordamida start nuqtalari (yoki chiziq) belgilanadi. So'ngra aniqlanuvchi eritma maxsus tomizgich yoki kapillyar yordamida start nuqtasiga (yoki chiziqqa) tomiziladi. Nuqtalar diametri 0,5 sm dan ortib ketmasligiga ahamiyat berish kerak.

Eritma tomizib bo'lingach plastinkadan erituvchini xona xaroratida bug'latilib, so'ngra uni tayyorlab qo'yilgan qo'zg'oluvchi faza pori bilan to'yintirilgan kameraga vertikal joylashtiriladi. Plastinkadagi sorbent qatlami yaxshi xo'llanishi uchun qatlam 0,5 sm gacha erituvchi ichiga tushishini ta'minlash lozim.

Erituvchi sorbent qatlami bo'ylab xarakatlanishi davomida start nuqtasidagi moddalarni eritadi va o'zi bilan siljitib start chizig'idan turli masofalarga taqsimlaydi.

Erituvchining ko'tarilish chegarasi (front) start chizig'idan 10 -15 sm ga etganda moddalarni taqsimlash jarayoni tugallanadi. So'ng plastinka kameradan chiqarib olinib, xona xaroratida quritiladi va moddalarning taqsimlanishi oddiy ko'rish bilan, UB nurida, so'ngra rangli birikmalar hosil qiluvchi moddalarga xos reaktivlarni purkash bilan amalga oshiriladi.

Xromatogrammada tekshiriluvchi kislotali,neytral va kuchsiz asos xossali moddalarni aniqlash

Kislotali, neytral va kuchsiz asosli xossaga ega bo'lgan moddalarni aniqlash uchun quyidagi reagentlar tanlangan:

I.Simob sulfat eritmasi bilan so'ng difenil karbozidni xloroformdagi eritmasi bilan purkash (barbitur kislotasi hosilalari bo'lganda ko'kimtir rangli dog' xosil qiladi;sezgirlik 1 mkg).

II.G'eCl₃ 10% eritmasi (aromatik karbol kislotalar va pirazonon hosilalari bilan qizil ko'kimtir rangli dog' xosil qiladi, sezgirlik aramatik karbol kislotalar uchun 1,5 mkg, pirazonon hosilalari uchun 1,0 mkg) Dragendorf reaktivi (uchlamchi aromatik yoki geterotsiklik azot atomi saqlagan dorivor moddalar bilan qo'ng'ir rangli dog' xosil qiladi,reaksiya sezgirligi noksiron va butadion uchun 2 mkg, antipirin va kofein uchun 1,5 va 4,0mkg, diazepam, nitrozepam va xlordiazepoksid uchun 1,0 mkg).

Taxlilning olib borish xususiyatlariga ko'ra umumiy qo'llaniladigan reaktivlarni birin-ketin qo'llash maqsadga muvofiqdir. O'tkazilgan tajribalar natijasida o'rganilgan reagentlarni kislotali, neytral va asos xossali dorivor moddalarni aniqlashda qo'llash mumkinligi ko'rsatilgan.Bunda olingan xromatogrammalarni UB-nurlar bilan nurlantirib va tavsia etilgan reagentlar bilan birin-ketin ishlash lozim:

Ushbu usul faqat meprobomatni aniqlash imkonini bermaydi. Meprobomatni vanilinning 1% metanoldagi eritmasi bilan aniqlash mumkin.

Kofein, teobromin va teofilinni yupqaqatlam xromatografik aniqlash.

Silikagel bilan qoplangan xromatografik plastinkaning (12x18 sm) start chizig'iga tekshiriluvchi eritmada tomizilib, undan 2 sm o'ngda start chizig'iga standart eritma (0,01% kofeinning xloroformdagi eritmasi) tomiziladi. Plastinka iliq xavo oqimida quritiladi va efir-atseton-25% ammiak (40:20:1) erituvchilar aralashmasi bilan to'yintirilgan xromatografik kameraga tushiriladi. Kamera qopqoq bilan zich yopiladi. Erituvchi 10 sm yuqoriga ko'tarilgandan keyin plastinkani kameradan olinib, iliq xavo oqimida quritiladi. So'ngra Dragendorf reaktivi bilan purkaladi.

Amidopirinni yupqa qatlam xromatografiya usuli bilan aniqlash.

Silikagel bilan qoplangan xromatografik plastinkaning (12x18sm) start chizig'iga tekshiriluvchi eritmada tomizilib,undan 2 sm o'ngda start chizig'iga standart eritma tomiziladi.

Plastinka iliq xavo oqimida quritiladi va xloroform-atseton (9:1) erituvchilar aralashmasi bilan to'yintirilgan xromatografik kameraga tushiriladi. Kamera qopqoq bilan zich yopilib, erituvchi 10

sm yuqoriga ko'tarilgandan keyin olinib, iliq xavo oqimida quritiladi. So'ngra 10% G'eSl₃ reaktivi bilan purkaladi. Xromatogrammada amidopiringa xos qo'ng'ir rangli dog'lar hosil bo'ladi (Rf= 0,15-0,17).

Xininni yupqa qatlam xromatografiya usuli bilan aniqlash.

Silikagel bilan qoplangan xromatografik plastinkaning (12x18 sm) start chizig'iga tekshiriluvchi eritmadan tomiziladi. Undan 2 sm o'ngda start chizig'iga standart eritma tomizilib, plastinka iliq xavo oqimida quritiladi va efir-atseton-25% ammiak (40:20:2) erituvchilar aralashmasi bilan to'yintirilgan xromatografik kameraga tushiriladi. Kamera qopqoq bilan zich yopib, erituvchi 10 sm yuqoriga ko'tarilgandan keyin olinib, iliq xavo oqimida quritiladi. So'ngra UB-nurida nurlantiriladi so'ng Dragendorf reaktivi bilan purkaladi. Xromatogrammada xinini bo'lsa, UB - nurda tovlanish va Dragendorf reaktivi purkalganda qo'ng'ir dog' (Rf=0,25) hosil bo'ladi.

Mustaqil tayyorlanish uchun savollar.

- 1.Yupqa qatlamli xromatografiya deganda nimani tushunasiz?
- 2.Ikki yo'nalishli xromatografik jarayonni tushuntiring.
- 3.Qarama-qarshi fazali xromatografiya jarayoniga izox bering.
- 4.Ekstraksion xromatografik jarayonni izoxlang.
- 5.Xromatografik dog' deganda nimani tushunasiz?
- 6.Xromatografik jarayondagi start nima? Uni qanday belgilash mumkin?
- 7.Xromatografik kameralar qanday tanlanadi?
- 8.Xromatografik kameralarni qo'zg'aluvchi faza poril bilan to'yintirishni izoxlang.
- 9.Xromatografiyadagi front nima?
- 10.Rf-kattaligiga izox bering. U qanday aniqlanadi?
- 11.Tekshiriluvchi namuna eritmasini xromatografik plastinkaga o'tkazish tartibini izoxlang.
- 12.Yupqa qatlamli plastinkalar yordamida xromatogrammalar tartibini izoxlang.
- 13.Moddalarni yupqa qatlamli xromatografik jarayonda taqsimlanish mexanizmi qanday?
- 14.Kofein, teobramin va teofillinni yupqa qatlam xromatografik aniqlash qanday bajariladi?
- 15.Amidopirin xususiy YUQX taxlili jarayonini izoxlang.
- 16.Xininni xususiy YUQX taxlili jarayonini izoxlang.

17 - LABORATORIYA MASHG'ULOTI. YUPQA QATLAM XROMATOGRAFIYA USULINING MOHIYATI YUQX USULI UCHUN PLASTINKA TAYYORLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejas

- 1.Yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyat va usuli haqida ma'lumot.
2. Юпка қатлам сорбентли пластинкалар тайёрлаш. Активлик даражаларини ошириш ва активлигини аниқлаш шароитларини таҳлил қилиш.

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyati yuqx usuli uchun plastinka tayyorlashni ўрганиш.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarni yupqa qatlam xromatografiyasida qullaniladigan sorbentlar, ularga qyiladigan talablar, sorbentlarni et qushimchalardan tozalash, ularni aktivlik dаражаларини ошириш va активлигини аниқлаш шароитларини таҳлил қилиш.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, xromatografik plastinkalar, kolonka, qozg'aluvchi fazalar, chizg'ich, purkagich, UB-lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Сорбентлар

Аралашма моддаларнинг юпка қатлам хроматография (ЮҚХ) усули билан ажратиб олишни асосий факторларидан бири сорбентларнинг тўғри танлашдир. Сорбент адсорбцияни, ион алмашилини, кўзгалувчи фазани ҳаракатланишини таъминлаши ва молекуляр элак вазифасини бажариши мумкин. Хроматографик жараёни кўйилган талабга қараб, мос сорбент танланади.

Амалиётда сорбентларни танлашда уларда ажраладиган моддалар характериға аҳамият берилади. Аввалиға хроматографик ажраладиган модданинг эритувчиларда эрувчанлик хусусияти аниқланади. Яъни модданинг гидрофил ёки гидрофоб хоссаларига эътибор берилади, ҳамда функционал гуруҳларнинг табиатиға аҳамият берилади.

Шундан кейин уларни кислотали, нейтрал ва амфотерли хусусиятиға эғалиғи аниқланади. Ниҳоят сорбент модда билан кимёвий бог ҳосил қилаолиши ва сорбент ҳамда богловчи материаллар таъсирида кимёвий богларнинг ўзғариши текширилади.

ЮҚХ усулида сорбент сифатида силикагел, алюминий оксиди, целлюлоза ёки турли хил юқори адсорбцион хусусиятға ва паст сизимға эға бўлган бог адсорбент моддалар олинади.

Адсорбцион ЮҚХ си учун барча маълум бўлган силикагел маркаларидан энг яхшиси КСК ҳисобланади. Бу марка пластинкада мустаҳкам ёпишқоқ қават ҳосил қилади. Талаб бўйича чегараланган юзаси 338-650 м²/г, ҳажми 1,19 - 0,76 см³/г бўлиши керак. ЮҚХ учун заррачаларнинг ўлчами 0,1-0,07мм бўлиши керак. Пластинкаға ўтказиш учун силикагель сувда, этил спиртида ёки бошқа махсус таркибли суюқликда 1:2 нисбатда аралаштирилади. Пластинкадаги қатлам қалинлиғи 250ммк бўлиши талаб қилинади

Юпка қатламли хроматография учун қўлланиладиган сорбентлар характеристикаси

Сорбент	pH	Богловчи қўшилмаси	Заррачалар ўлчами, мкг
Силикагель Merk (ФРГ)			
60G	6.8-7.0	13%гипс	10-40
60GF ₂₅₄	6.8-7.0	13%гипс+ф.и.	10-40
Силикагель (ЧССР)			
L _{s/40} (Л _{s/40})	6-7	йўқ	5-40
LL ₂₅₄ (ЛЛ ₂₅₄)	6-7	Ф _{и254}	
LS _{s/40} (ЛС _{s/40})	6-7	13%гипс	
LSL ₂₅₄ (ЛСЛ ₂₅₄)	6-7	13%гипс	
Алюминий оксиди Merk			
G (тип 60/E)	7,5	9-10 %гипс	10-40
GF ₂₅₄ (тип 60/E)	7,5	9-10%гипс+ф.и.	10-40
Алюминий оксиди Woelm (ФГР)			
асосли (ДС)			
нейтрал (ДС)	9	йўқ	30
кислотали (ДС)	7,5	йўқ	30
GDC	4	йўқ	30
		10% гипс	30
Магний силикат Woelm (ФГР)	10	Mg-SiO ₂ (2%)	30

Кўпчилиқ чет эл фирмалари ЮҚХ учун тайёр силикагелли пластинкалар ишлаб чиқарилади. Бундай пластинкада мустаҳкам қават ҳосил қилган алюминий оксид маркази ишлатилади. Хроматография учун алюминий оксидининг асосан нейтрал ва кислотали формаси қўлланилади.

Нейтрал формаси сувсиз моддалар эритмасидан, алкан, алдегид, спирт, феноллар хосилаларини ажратишга яхши ёрдам беради. Кислотали формаси эса карбон кислоталар ва турли хил кислотали характерга эга бўлган моддалар аралашмасини ажратиш учун қўлланилади. Сорбентларнинг активлиги уларнинг ўз таркибида сақлаган сув миқдори билан боглиқ. Алюминий оксидининг активлигини аниқлашда углерод IV хлор системасида бўёқ стандарт моддалар тўпламидан фойдаланиб, юпка катлам хроматографик жараён ўтказилади. Стандарт бўёқ моддаларнинг пластинкалардаги R_f кўрсаткичлари аниқланиб, жадвал билан солиштирилади ва активлиги аниқланади.

Таркибида алюминий оксид сақлаган юпка катламли пластинкада бўёқ стандартларнинг R_f кўрсаткичлари.

Бўёқлар	Бўёқлар бўйича активлик даражаси			
	II	III	IV	V
Азобензол	0,59	0,74	0,85	0,95
п-метоксиазобензол	0,16	0,49	0,69	0,89
Судан I	0,01	0,25	0,57	0,78
Судан IV	0,00	0,10	0,33	0,56
п-аминоазобензол	0,00	0,03	0,08	0,19

ЮҚХ да сорбент сифатида силикагел ва алюминий оксид билан бир каторда яна майда дисперс целлюлоза кукуни ҳам қўлланилади. Целлюлоза пластинкада богловчи материалларсиз мустаҳкам қават ҳосил қилади. Улар аминогурух билан тугалланадиган, нитрил бог ва альдегидларни адсорбцияловчи органик полимерлар ҳисобланади. Полиамидларнинг катион алмашув хусусиятини охириги карбоксил группалар, амил алмашинувини эса амино группалар таминлайди.

Полиамидлар полярсиз моддаларни адсорбциялаш характерига эга.

Эритувчиларни элюатроп қатори қуйидаги тартибда бўлади:

сув < этанол < метанол < ацетон < натрий гидрооксид эритмаси < формамид < диметилформамид.

Чидамсиз ва турли хил нордонлаштирилган полиамидлар концентранган кислота ва турли хил органик кислоталарда, эритувчиларда эритилади. Улар ишқорда кучсиз кислоталарда, органик эритувчиларда эримайди. Полиамид кукуни аралашмасини пластинкага ўтказиш учун сувда эмас, балки метил ва этил спиртида суспензия тайёрлаб олинади. Бу полиамидларни гидрофоблиги билан боглиқ. Бунда эритувчилар кукуни массасидан 3-4 марта кўп олинади. Полиамидлар учун богловчи сифатида крахмал ишлатилади. Аралашма пластинкада киздирмасдан қурилади. Полиамидлар юқори сорбцион сигимга эгаллиги ва яхши танланувчанлиги, жараёнларга тўлиқ қўшила олиши учун ЮҚХ да кенг қўлланилади. Амалиётда сорбентлар тайёрлаш учун уларнинг моддаларни ажра олиш хусусияти асос қилиб олинган. Аввал хроматографик ажратилиши зарур бўлган моддаларни эрувчанлиги кўрилади. Уларни гидрофил ва гидрофоб хусусиятга эгаллиги аниқланади.

Функционал гурухлар табиати аниқланади, шундан кейин кислотали, нейтрал ва амфотер хусусиятга эгаллигига аҳамият берилади. Ниҳоят сорбентлар билан кимёвий бог ҳосил қила олиши ва сорбент ва богловчи материаллар таъсирида кимёвий боглар ўзгариши текширилади.

ЮҚХ учун қўлланиладиган тайёр пластинкалар

Силуфоль: тагли сифатида - алюминий фольгаси, сорбент-йирик говакли силикагелдан фойдаланилади.

УБ 254ли силуфоль юқоридаги таркибга қўшимча флуоресцентланувчи индикаторлар қўшиб тайёрланади.

Силпирил: тагли - алюминий фольгаси, сорбент йирик говакли силикагел, боглови модда крахмал.

Диафоль: сорбент диостолит УБ 254 сакловчи флуоресцентли индикаторлар билан активланган силуфоль пластинкаси.

Тайёр пластинкалар хроматография камерасида дистилланган сувда ювилиб, 4 дақиқа давомида 65°C қуритгич шкафида қурилади. Сўнгра хроматографик аниклаш учун ишлатилади.

Юпка қатлам сорбентли пластинкалар тайёрлаш.

2. Силикагел сорбент кукунини тайёрлаш. КСК силикагел сорбентини тайёрлаш учун улар аввал аралашмалардан тозаланади. Шу мақсадда уни 18-20 соатга 1:1 нисбатда суюлтирилган хлорид кислотага солиб қўйилади. Сўнг кислота тўкиб юборилади. Силикагелни сув билан ювилади ва 2-3 соат нитрат кислота: сув 1:1 нисбатдаги аралашмаси билан чайқатилади. Кислоталар билан ишлов берилган силикагелни оддий сувда ювиб, сўнг нейтраллангунча дистилланган сув билан ювилади. Шундан сўнг 130°C 4-6 соат давомида қуритгич шкафида қуририлиб, силикагелни майдалаб 1 см^2 да 1600 гача тешикли элакда эланади. Тайёр сорбент озги зич беркиладиган идишларда сақланади.

2. Гипс кукунини тайёрлаш. Гипсни ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 6 соат давомида 160°C да қуритгич шкафида қиздирилади. Сўнг гипсни форфор хавончада дастак билан майдаланади ва элакдан ўтказилади.

3. Сорбцион масса тайёрлаш ва пластинкаларга ўтказиш.

а) Силикагелли (крахмалли) пластинкалар тайёрлаш ИСК ёки КСК-2 маркали силикагель сорбцион массаси тайёрлаш учун 40 г силикагелга 1 г эрувчан крахмал қўшиб яхшилаб хавончада аралаштирилгач 1:2 нисбатда сув қўшиб бир хил масса ҳосил бўлгунча аралаштирилади. Масса 10та 9×20 см пластинка юзасига мўлжалланган бўлиб, ҳар бир пластинкага баробар бир хилда тақсимланади, юпка силлиқ қатлам ҳосил қилинади, қурилади, активланади ва сақланади.

б) Гипсли силикагелли пластинка тайёрлаш учун 9 - 12 см ли бўлган 10 пластинкага 35 г силикагель КСК, 2 г гипс ва 90 мл дистилланган сувдан фойдаланилади. Гипс ва силикагелни чинни товоқчада яхшилаб аралаштирилгач сув қўшилади ва бир хил масса ҳосил бўлгунча аралаштирилади, сўнгра пластинкалар юзасига ўтказилади.

4. Алюминий оксидли ва гипсли пластинкалар тайёрлаш.

10 та пластинкага сорбцион масса тайёрлаш учун элакдан ўтказилган 50 г алюминий оксиди, 5 г гипс ва 75 мл дистилланган сув олинади. Алюминий оксиди билан гипс яхшилаб чинни товоқчасида дастак билан аралаштирилади. Дистилланган сув қўшиб бир хил массага келгунча аралаштирилади ва пластинкалар юзасига ўтказилади.

Тайёрланган пластинкаларда сорбент қатламлари бир хил жойлашиши катта аҳамиятга эга. Шундай тайёрланган пластинкалар аввал хона ҳароратида, сўнг қуриштиш шкафида 110°C да 1 соат давомида қуририлиб, герметик беркиладиган, намликни шимувчи тузлар солинган эксикаторларда сақланади.

Ўпиштирилмаган (муштаҳкамланмаган) пластинкалар тайёрлаш.

Бунинг учун юқорида эслатилгандек аниқланувчи модда характериға кўра, ўпиштирилган пластинкалар тайёрлаш учун қўшиладиган ўпиштирувчи моддалар таъсири бўлишини билган ҳолда, моддаларни аниқлаш учун тайёрланади.

Тайёр сорбент зарур ўлчамдаги ойна пластинка юзасига махсус оддий мосламалар ёрдамида бир хил силлиқ юзада 2-3 мм қалинликда ёзилади.

Камчилиги имкони бориға горизонтал ҳолатда хроматографик жараён ўтказилиши талаб қилинади. Узоқ сақлашға зарурат йўқ.

Муствакил тайёрланиш учун саволлар

1. Сорбентларға қўйиладиган асосий талаблар нималардан иборат?
2. Сорбция жараёнини изоҳланг.

3. Сорбентнинг адсорбцион хусусиятини қандай изоҳлайсиз?
4. Адсорбция нима? Уни қандай изоҳлайсиз?
5. Десорбция нима? Уни қандай изоҳлайсиз?
6. Хемосорбция жараёнини мисоллар билан изоҳлаб беринг.
7. Ионалмашувчи сорбентлар қандай сорбент ҳисобланади?
8. ЮҚХ қўлланиладиган сорбентлар характеристикасини изоҳланг.
9. Сорбентларнинг активлигини қандай изоҳлайсиз?
10. Сорбентларнинг активлик даражаси қандай аниқланади?
11. ЮҚХ қўлланилиши мумкин бўлган эритувчилар элюотропик тартиби қандай?
12. Моддаларни ЮҚХ таҳлил қилишдан аввал унинг қандай хоссаларини билишимиз талаб қилинади?
13. Тайёр юпка қатламли пластинкалар ва уларга характеристика беринг.
14. Ёпиштирилган юпка қатламли пластинкаларни тайёрлашда қўлланиладиган қўшимчалар ва уларга қандай талаблар қўйилади?
15. Ёпиштирилган пластинкаларнинг афзалликлари ва камчиликлари.
16. Ёпиштирилмаган пластинкалар, уларни қайси ҳолатларда қўлланилади? Афзалликлари ва камчиликлари.
1. Ёпиштирилган хроматографик пластинкаларга изоҳ беринг.
2. Ёпиштирилмаган хроматографик пластинкаларга изоҳ беринг.

Навбатдаги амалий машғулот ўтказиш учун топшириқлар.

Талабалар келгуси амалий машғулот учун методик қўлланма асосида иш дафтарларини ёзиб келишлари, кислотали, нейтрал ва кучсиз асос хоссали моддаларни юпка қатлам хроматографик танлов («скрининг») усулида аниқлаш тартиби бўйича берилган саволларга жавоб тайёрлаб келишлари талаб қилинади.

17- LABORATORIYA MASHG'YUQX USULIDA DORI PREPARATLARINING TAHLILI

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. YUQX usulida dori preparatlarining tahlili

2. Юпка қатлам сорбентли пластинкалар тайёрлаш. Активлик даражаларини ошириш ва активлигини аниқлаш шароитларини таҳлил қилиш.

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni YUQX usulida dori preparatlarining tahlilida қўллашни ўрганиш.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar: Талабаларни юпка қатлам хроматографик жараёнида содир бўладиган физик ходисалар, усулни дори моддаларни аралашмалардан тозалашда, моддалар сифатини аниқлашда қўллаш, унинг ахамияти, юпка қатлам хроматографик таҳлил турлари, R_f ва $R_{f_{ct}}$ кўрсаткичлари, уни аниқлаш шартлари билан таништирилади.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, xromatografik plastinkalar, kolonka, qozg'aluvchi fazalar, chizg'ich, purkagich, UB-lampa, turli ochuvchi reagentlar, voronka, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmali materiallarlar, skotch, qog'oz

Laboratoriya jihozlari : Maxsus laboratoriya vositalari bilan jixozlangan xona

Юпка қатламли хроматографиялаш усуллари. Кислотали, нейтрал, кучсиз асос ва асос хоссали дори моддаларини юпка қатлам хроматографик «скрининг» усулида аниқлаш.

Амалий ишлар иккита 6 соатлик машғулотга режалаш-тирилган.

Машгулот мақсади - Талабаларни юпка қатлам хроматографик жараёнида содир бўладиган физик ходисалар, усулни дори моддаларни аралашмалардан тозалашда, моддалар сифатини аниқлашда қўллаш, унинг ахамияти, юпка қатлам хроматографик таҳлил турлари, R_f ва $R_{f_{CT}}$ кўрсаткичлари, уни аниқлаш шартлари билан таништирилади.

Биринчи 6 соатлик машгулотда талабалар кислотали нейтрал ва кучсиз асос хоссали дори моддаларни юпка қатлам хроматографик танлов («скрининг») ёрдамида бир-биридан ажратиш ва аниқлаш усуллари билан таништирилади.

Шунингдек айрим берилган топшириқ асосида кофеин ҳамда унинг ҳосилаларини юпка қатлам хроматографик ажратиш ва аниқлаш усуллари бажарилади.

Юпка қатламли сорбент қопланган шиша пластинкаларда моддаларни бир-биридан оз вақт сарфлаб, тез ва осон ажратишга асосланган бўлиб, доришуносликда дори воситалари чинлигини, тозаллигини ва шу асосда миқдори сифатини аниқлашда кенг қўлланилади.

Усул учун сорбент ва қўзғолувчи фазани тўғри танлаш моддалар таҳлилини тўғри бажаришда катта аҳамиятга эга.

Сорбент ва унга шимилган намлик (сув) ва айрим ҳолларда махсус шимдирилган эритувчилар ва уларнинг аралашмалари қўзғолмас фаза ҳисобланади.

Қўзғолувчи фаза пластинкадаги қопланган сорбент қатлами бўйлаб ҳаракатланиши жараёнида қўзғолмас фаза сакловчи сорбентга томизилган аралашма компонентларини эритади ва уларни модда характериға боглиқ ҳолда ҳар хил масофаларға тақсимлаб жойлаштирилади.

Хроматограммани олиш учун камера сифатида оғзи зич ёпиладиган, тағи ясси турли ҳажмдағи шиша идишлар ишлатилади. Идиш остига 5-7 мм қалинликда таҳлил учун тайёрланган қўзғолувчи фаза вазифасини ўтовчи эритувчи системаси қўйилади. Камера ички ҳажмини эритувчи пори билан тўйинтириш мақсадида, унинг ён деворига эритувчи билан ҳўлланган филтёр қогоз ёпиштирилади ва 20-30 дақиқа ёпиқ ҳолда сакланади.

Камерани эритувчи система пори билан тўйинтириш текширилувчи аралашмани айрим компонентларға тўғри ва сифатли тақсимланишиға ёрдам беради.

Юпка қатлам хроматографияси. Асосий терминлар ва вариантлари.

Юпка қатламли хроматография - хроматографиянинг бу варианты шиша пластинкалардағи юпка қатламда жойлаштирилган адсорбент қаватида бажарилади.

Икки йўналишли хроматография - дастлаб бир йўналишларда кейин унга перпендикуляр йўналишда амалға оширилади. Икки йўналишли хроматографияда жараёнлар турли хил қўзғолувчи фазаларда амалға оширилади.

Қарама - қарши фазали хроматографияда қўзғолмас фаза кутбсиз, масалан: сорбент қатлами углеводородлар ёки силикон шимдирилган бўлиши, қўзғолувчи фаза эса кутбли бўлиши мумкин.

Экстракцион хроматография - хроматографик жараён бажарилгач, модда йигилган зонасидан бирикмаларни эритувчилар билан сорбентдан экстракциялаш билан қайта эритиб олиб амалға оширилади.

Хроматографик доғ - хроматографик анализ қилинувчи бирикма тахминан юмалок формада йигилиб, тўпланган жойи.

Старт нуқтаси (ёки чизиги) - сорбент қаватиға хроматографияланувчи моддаларни ўтказиладиган қисм пластинка қирғогидан 2-2,5 см масофада белгилаб олинади. Пластинка устида жойлаштирилган юпка қатламда нуқта ёки чизиқ шаклида текширилувчи эритмани капилляр найча ёрдамида жойлаштириш билан амалға оширилади.

Хроматографик камералар - қўзғолувчи фаза пори билан хроматографик камерани тўйиниши шарт.

Эритувчи фронти - эритувчи системаси кўтарилиб борган чегара. R_f - катталиғи старт ва доғ зонасининг маркази ва қўзғолувчи фаза фронти орасидағи масофалар нисбати, катталик «О» дан кичик қийматға эга.

Ёпиштирилган пластинкалар тайёрлашда сорбцион массани таркибига кирадиган бириктирувчи модда сорбент ва сув аралашмасидан тайёрланган масса пластинкага бир хил юзада ёйилади.

Ёпиштирилмаган пластинкаларда эса боғловчисиз сорбцион хусусиятли модда пластинка юзасига бир хил қатламда ёйилади.

Кўтариловчи хроматография - эритувчини капилляр кучи ёрдамида пластинка бўйлаб пастдан юқорига кўтарилиши.

Тушувчи хроматография - эритувчини пластинкадан юқоридан пастга тушиши.

Горизонтал хроматография - пластинкани камерада горизонталь жойлашиши.

Юпқа қаватли хроматография учун адсорбентлар - ЮҚХ учун алоҳида адсорбентлар юқори тозаликдаги боғловчи қўшилмаси билан ҳамда қўшимчасиз, шунингдек УБ нур таъсирида нурланувчи 284 нм 366 нм гача флуоресценция берувчи қўшимча моддалар билан бирга тайёр холда чиқарилади.

Хроматографик пластинкага текширилувчи аралашма намунасини ўтказиш ва уларни пластинкада тақсимланиш механизми.

Тайёр юпқа қатламли хроматографик пластинкага текширилувчи бир ёки кўп компонентли эритма намунасини ўтказиш учун аввал пластинканинг пастки қисмидан 2,0-2,5 см юқорисида қалам ёки бошқа нинасимон предмет ёрдамида старт нуқталари (ёки чизик) белгиланади. Сўнгра аниқланувчи эритма махсус томизгич ёки капилляр ёрдамида старт нуқтасига (ёки чизикка) томизилади. Нуқталар диаметри 0,5 см дан ортиб кетмаслигига аҳамият бериш керак.

Эритма томизиб бўлингач пластинкадан эритувчини хона хароратида буглатилиб, сўнгра уни тайёрлаб қўйилган кўзголувчи фаза пори билан тўйинтирилган камерага вертикал жойлаштирилади. Пластинкадаги сорбент қатлами яхши хўлланиши учун қатлам 0,5 см гача эритувчи ичига тушишини таъминлаш лозим.

Эритувчи сорбент қатлами бўйлаб ҳаракатланиши давомида старт нуқтасидаги моддаларни эритади ва ўзи билан силжитиб старт чизигидан турли масофаларга тақсимлайди.

Эритувчининг кўтарилиш чегараси (фронт) старт чизигидан 10 -15 см га етганда моддаларни тақсимлаш жараёни тугалланади. Сўнг пластинка камерадан чиқариб олиниб, хона хароратида қуритилади ва моддаларнинг тақсимланиши оддий кўриш билан, УБ нурида, сўнгра рангли бирикмалар ҳосил қилувчи моддаларга хос реактивларни пуркаш билан амалга оширилади.

"Дори воситаларини юпқа қатламли хроматографик "скрининг" усулида таҳлил қилиш"

Дори моддаларининг турларини кўпайиши, уларни текшириш усулларини такомиллаштиришга, замонавий физик ва физик-кимёвий усулларни бир тизимга келтиришга ва уларни биргаликда қўллашга олиб келади. Дори моддаларини дастлабки танлаш ёки «скрининг» ўтказиш қисқа вақт ичида кўп сонли бирикмалар таркибидан бир моддани аниқлашга имкон беради.

Юпқа қатлам хроматографияси ёрдамида дори моддаларни «скрининг» қилиш тизимини ишлаб чиқишда иккита асосий масалани ечиш лозим:

1) Текширилувчи моддаларни хроматографик ажратиш.

2) Хроматограммадан моддалар зоналарини (доғларни) аниқлаш.

Сорбентнинг сизими ва аниқланиш концентрацияси 50-100 мкл. Дори моддаларни хроматографик «скрининг» усулида ажратиш 2 йўналишда олиб борилади:

1) Эритувчиларнинг умумий тизимларини қўллаш.

2) Эритувчиларни умумий ва хусусий тизимларини биргаликда қўллаш.

Кислотали,нейтрал ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган доривор моддаларнинг хлороформ - ацетон (9:1) системадаги хроматографик тақсимланиш зоналари.

Биринчи зона

Моддалар	Rf	R _x (циклобарбитал бўйича)
Анальгин	0,00	0,00
Ацетилсалицил к-си	0,00	0,00
Салицил кислотаси	0,02	0,05

Иккинчи зона

Моддалар	Rf	R _x (циклобарбитал бўйича)
Мепробамат	0,11	0,26
Бензой кислотаси	0,12	0,29

Учинчи зона

Моддалар	Rf	R _x (циклобарбитал бўйича)
Антипирин	0,19	0,46
Амидопирин	0,22	0,53
Кофеин	0,25	0,61

Тўртинчи зона

Моддалар	Rf	R _x (циклобарбитал бўйича)
Фенобарбитал	0,31	0,75
Барбитал	0,32	0,78
Нитрозепама	0,35	0,85
Барбамил	0,37	0,90
Этаминал Na	0,37	0,90
Циклобарбитал	0,41	1,00

Бешинчи зона

Моддалар	Rf	R _x (циклобарбитал бўйича)
Бензонал	0,57	1,39
Диазепам	0,62	1,51
Ноксирон	0,64	1,56
Бутадион	0,83	2,02

Хроматографик «скрининг» схемаси. Асосий босқичлар**1 босқич. Эритувчиларнинг умумий системасида аниқлаш.**

А. Кислотали, нейтрал ва кучсиз асос хоссали моддалар.

Эритувчилар системаси - ацетон - хлороформ-(9:1)

Сорбент- ёпиштирилган қатламли КСК силикагели

Текширилувчи моддаларни 3 та нуқтага томизилади.

А, Б ва В.

А нукта- умумий реагентлар: УБ-нур $\rightarrow$ $\text{H}_2\text{SO}_4 + 0.1\%$ ДФК (CHCl_3) $\rightarrow$ $t^\circ \text{C} \rightarrow 10\%$ $\text{FeCl}_3 \rightarrow$ Драгендорф реактиви $\rightarrow$ (гидролиз) $\rightarrow$ Браттан Маршал реакцияси тартибида моддаларни зоналари аниқланади.

Б нуктага-хусусий реагентлар: ванилиннинг метанолдаги 1% эритмаси билан ишланади.

В нукта- элюация қилинади. Хар бир зона учун куйидаги элюентлар тавсия этилади.

1 зона $R_f = 0,00 - 0,02$ - метанол

2 зона $R_f = 0,11 - 0,12$ - метанол

3 зона $R_f = 0,19 - 0,25$ - метанол

4 зона $R_f = 0,31 - 0,41$ - ацетон

5 зона $R_f = 0,57 - 0,64$ - ацетон

2 Босқич. Эритувчиларнинг хусусий системаларида аниқлаш.

А. Кислотали, нейтрал ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган моддалар, доғларини ўз зоналаридан элюация қилиб олингач, хар бир зона учун мос келадиган эритувчилар системаларида хроматограмма қилинади.

1 зона.

Система: хлороформ - ацетон (9:1)

н-бутанол-этанол-25% аммиак (5:1:1)

Сорбент-силикагель КСК, KHSO_4 0,1н эритмаси билан ишланади.

Реагент - 10% FeCl_3 эритмаси пуркалади.

2 зона.

Система: ацетон - бензол - сирка кислотаси (музловчи) (45:5:1)

Сорбент-силикагель КСК

Реагент 1% ванилиннинг метанолдаги эритмаси, сўнг 10% FeCl_3 эритмаси пуркалади.

3 зона.

Система-ацетон-циклогексан (5:1)

Сорбент-алюминий оксид (асос хоссали)

Реагент 10% FeCl_3 эритмаси, сўнг Драгендорф реактиви пуркалади.

4 зона.

Система: хлороформ - н-бутанол-25% аммиак (70:40:4)

Сорбент-силикагель КСК 0,1н H_3BO_3 билан буферланган

Реагент: H_2SO_4 эритмаси + 0,1% ДФК хлороформдаги эритмаси, қиздиргач, Драгендорф реактиви пуркалади.

5 зона.

Система: этилацетат

Бензол-этанол-25% аммиак (95:15:0,5)

Сорбент-силикагель КСК

Реагент: H_2SO_4 эритмаси + 0,1% ДФК хлороформдаги эритмаси, қиздиргач Драгендорф реактиви пуркалади.

Хроматограммада текширилувчи кислотали,нейтрал ва кучсиз асос хоссали моддаларни аниқлаш

Кислотали, нейтрал ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган моддаларни аниқлаш учун куйидаги реагентлар танланган:

I.Симоб сульфат эритмаси билан сўнг дифенил карбозидни хлороформдаги эритмаси билан пуркаш (барбитур кислотаси ҳосилалари бўлганда кўкимтир рангли доғ ҳосил қилади; сезгирлик 1 мкг).

II. FeCl_3 10% эритмаси (ароматик карбол кислоталар ва пиразолон ҳосилалари билан кизил кўкимтир рангли доғ ҳосил қилади, сезгирлик ароматик карбол кислоталар учун 1,5 мкг, пиразолон ҳосилалари учун 1,0 мкг) Драгендорф реактиви (учламчи ароматик ёки гетероциклик азот атоми сақлаган доривор моддалар билан кўнгир рангли доғ ҳосил қилади, реакция сезгирлиги ноксирон ва бутатион учун 2 мкг, антипирин ва кофеин учун 1,5 ва 4,0 мкг, диазепам, нитрозепама ва хлордиазепоксид учун 1,0 мкг).

Таҳлилнинг олиб бориш хусусиятларига кўра умумий қўлланиладиган реактивларни бирин-кетин қўллаш мақсадга мувофиқдир. Ўтказилган тажрибалар натижасида ўрганилган реагентларни кислотали, нейтрал ва асос хоссали доривор моддаларни аниқлашда қўллаш мумкинлиги кўрсатилган. Бунда олинган хроматограммаларни УБ-нурлар билан нурлантириб ва тавсия этилган реагентлар билан бирин-кетин ишлаш лозим:

Ушбу усул фақат мепробоматни аниқлаш имконини бермайди. Мепробоматни ванилиннинг 1% метанолдаги эритмаси билан аниқлаш мумкин.

Кофеин, теобромин ва теофилинни юпқа қатлам хроматографик аниқлаш.

Силикагель билан қопланган хроматографик пластинканинг (12x18 см) старт чизигига текширилувчи эритмадан томизилиб, ундан 2 см ўнгда старт чизигига стандарт эритма (0,01% кофеиннинг хлороформдаги эритмаси) томизилади. Пластинка илиқ хаво оқимида курилади ва эфир-ацетон-25% аммиак (40:20:1) эритувчилар аралашмаси билан тўйинтирилган хроматографик камерага туширилади. Камера қопқоқ билан зич ёпилади. Эритувчи 10 см юқорига кўтарилгандан кейин пластинкани камерадан олиниб, илиқ хаво оқимида курилади. Сўнгра Драгендорф реактиви билан пуркалади.

Иккинчи 6-соатлик амалий машғулот

Мақсади: Асос ва кучсиз асос хоссали дори моддаларни уларнинг аралашмаларидан юпқа қатламли хроматографик танлов («скрининг») ёрдамида бир-биридан ажратиш ва аниқлаш усуллари билан танишиш.

Айрим берилган топшириққа мувофиқ амидопирин ва хинин дори воситаларини юпқа қатлам хроматографик таҳлил усулларини амалий бажариш.

Асосли ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган доривор моддаларни ацетон-хлороформ-25% аммиак-диоксан (5:45:47,5:2,5) системасида қуйидаги хроматографик зоналарга ажратилади.

Биринчи зона

Моддалар	Rf	R _x (этапиразин бўйича)
Пахикарпин	0,12	0,23
Морфин	0,14	0,27
Атропин	0,15	0,29
Эфедрин	0,18	0,35
Бруцин	0,22	0,43
Хинин	0,25	0,49
Стрихнин	0,25	0,49
Хинидин	0,27	0,53
Кодеин	0,28	0,55
Дионин	0,31	0,60

Поликарпин	0,36	0,70
------------	------	------

Иккинчи зона

Моддалар	Rf	R _x (этапиразин бўйича)
Трифлуоперазин	0,50	0,98
Мажептил	0,50	0,98
Этаперазин	0,51	1,00
Промазин	0,53	1,04
Антипирин	0,54	1,06
Кофеин	0,56	1,10
Скополамин	0,58	1,14

Учинчи зона

Моддалар	Rf	R _x (этапиразин бўйича)
Хлордiazепоксид	0,63	1,25
Прометазин	0,66	1,30
Новакаин	0,70	1,37
Димедрол	0,71	1,39
Тиоридазин	0,72	1,41
Имипрамин	0,73	1,43
Хлорпромазин	0,75	1,47
Промедол	0,76	1,49
Нитрозепа	0,77	1,51
Хлорпротиксен	0,81	1,59
Амидопирин	0,83	1,63

Хроматографик «скрининг» схемаси

Асосий босқичлар

1 - Эритувчиларнинг умумий системасида аниклаш.

Асосли ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган моддалар

Эритувчилар системаси ацетон-хлороформ-25%аммиак-диоксан- (5:45:2,5:47,5).

Сорбент-ёпиштирилган қатламли КСК силикагели.

Текширилувчи моддаларни 3 нуктага томизиш: А, Б ва В.

А нукта - умумий реагентлар: УБ - нур ---> 10% FeCl₃ эритмаси---> уч фоиз 0,5% NaNO₂ сақлаган 57% HClO₄ эритмаси ---> Драгендорф -> HCl - 120⁰ С гидролизланиб, сўнгра Браттан-Маршалл реакцияси.

Б нукта-хусусий реагентлар:1% H₂PtCl₆ эритмаси, Марки реактиви, концентрланган сульфат ва азот кислотаси эритмаси (1:1) ёки концентрланган сульфат кислота,калий бихроматнинг концентрланган сульфат кислотдаги эритмаси.

В нукта -элюация килинади. Хар бир хроматографик зона элюантлари қуйидагича.

1.зона Rf = 0,12-0,36-метанол:диэтиламин(9:1).

2зона Rf= 0,50-0,58-метанол: 25%аммиак(9:1)

3зона Rf= 0,63-0,83-метанол: 25%аммиак(9:1)

4.зона Rf= 0,87-0,98-метанол: 25%аммиак(9:1)

2. Эритувчиларнинг хусусий системаларида аниклаш.

Б.Асосли ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган моддалар

1 зона

Система: хлороформ-диэтиламин (9:1)

Бензол-этилацетат-диэтиламин (7:2:1)

Сорбент-силикагель КСК

Реагент УБ нур, Драгендорф реактиви

2 зона

Система: хлороформ-ацетон (5:1)

Сорбент-алюминий оксид (нейтрал хоссали)

Реагент 10% FeCl_3 эритмаси, таркибида уч фоиз 0,5% NaNO_2 сақлаган 57% HClO_4 эритмаси, Драгендорф реактиви.

3 зона

Система: хлороформ-этанол (29:1)

Гептан-ацетон (5:1)

Сорбент-алюминий оксид (нейтрал хоссали)

Реагент- 10% FeCl_3 эритмаси, таркибида уч фоиз 0,5% NaNO_2 сақлаган 57% HClO_4 эритмаси, Драгендорф реактиви.

4 зона

Система: циклогексан-ацетон

Сорбент алюминий оксид (асос хоссали)

Реагент- таркибида уч фоиз 0,5% NaNO_2 сақлаган 57% HClO_4 эритмаси, Драгендорф реактиви.

Хроматограммалардан текширилувчи кучсиз асос хоссали моддаларни аниқлаш.

Асосли ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган доривор моддаларни аниқлаш учун қуйидаги реагентлар танланди.

FeCl_3 10% эритмаси (пиразолон ҳосилалари билан доғ ҳосил қилади, сезгирлик 1.0 мкг), таркибида уч фоиз 0,5% NaNO_2 сақлаган 57% HClO_4 эритмаси (фенотиазин, тиоксантен ва дибензеазепин ҳосилалари билан доғ ҳосил қилади), Драгендорф реактиви (алкалоидлар ва учламчи ароматик ёки гетероциклик азот атоми сақлаган синтетик дори моддалар билан доғ ҳосил қилади).

Хлорид кислотаси пуркалиб 120°C да 20 дақиқа 1,4-бензодиазепин ҳосилаларини бензофенонга гидролизланади ва Браттан-маршал реакцияси билан аниқланса, доғ ҳосил қилади.

Асосли ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган доривор моддаларни хроматограммани УБ-нурларида ўрганиб ва уни кетма-кетликда аниқлаш мумкин:

Бу усул фақат эфедринни аниқлаш имконини бермайди.

Эфедрин доғини 0,2% нингидриннинг н-бутанолдаги эритмасини пуркаб аниқлаш мумкин.

Хусусий реагентлар сифатида қуйидагилар қўлланиланади:

Марки реактиви (морфин, кодеин, дионин, промедол, папаверин), концентрланган сульфат ва азот кислоталари аралашмаси (1:1) ёки фақат концентрланган сульфат кислотаси (димедрол), калий бихромат кристаллари ва концентрланган сульфат кислотаси (стрихнин), H_2PtCl_6 1% эритмаси (фенотиазин ҳосилалари ва тиоксантин ҳосилалари).

Амидопиринни юпқа қатлам хроматография усули билан аниқлаш.

Силикагел билан қопланган хроматографик пластинканинг (12x18см) старт чизигига текширилувчи эритмадан томизилиб, ундан 2 см ўнгда старт чизигига стандарт эритма томизилади.

Пластинка илиқ ҳаво оқимида қурилади ва хлороформ-ацетон (9:1) эритувчилар аралашмаси билан тўйинтирилган хроматографик камерага туширилади. Камера қопқоқ билан зич ёпилиб, эритувчи 10 см юқорига қўтарилгандан кейин олиниб, илиқ ҳаво оқимида қурилади. Сўнгра 10% FeCl_3 реактиви билан пуркалади. Хроматограммада амидопиринга хос қўнғир рангли доғлар ҳосил бўлади ($R_f = 0,15-0,17$).

Хининни юпқа қатлам хроматография усули билан аниқлаш.

Силикагел билан қопланган хроматографик пластинканинг (12x18 см) старт чизигига текширилувчи эритмадан томизилади. Ундан 2 см ўнгда старт чизигига стандарт эритма томизилиб, пластинка илиқ ҳаво оқимида қурилади ва эфир-ацетон-25% аммиак (40:20:2) эритувчилар аралашмаси билан тўйинтирилган хроматографик камерага туширилади. Камера қопқоқ билан зич ёпиб, эритувчи 10 см юқорига қўтарилгандан кейин олиниб, илиқ ҳаво оқимида қурилади. Сўнгра УБ-нурида нурлантирилади сўнг Драгендорф реактиви билан пуркалади. Хроматограммада хинин бўлса, УБ - нурда товланиш ва Драгендорф реактиви пуркалганда қўнғир доғ ($R_f = 0,25$) ҳосил бўлади.

Мустақил тайёрланиш учун саволлар.

1. Хроматографик «скрининг» деганда нимани назарда тутилади?
2. Юпқа қатламли хроматография деганда нимани тушунаси?
3. Икки йўналишли хроматографик жараёни тушунтиринг.
4. Қарама-қарши фазали хроматография жараёнига изох беринг.
5. Экстракцион хроматографик жараёни изохланг.
6. Хроматографик доғ деганда нимани тушунаси?
7. Хроматографик жараёндаги старт нима? Уни қандай белгилаш мумкин?
8. Хроматографик камералар қандай танланади?
9. Хроматографик камераларни қўзғалувчи фаза пори билан тўйинтиришни изохланг.
10. Хроматографиядаги фронт нима?
11. R_f -катталигига изох беринг. У қандай аниқланади?
12. Текширилувчи намуна эритмасини хроматографик пластинкага ўтказиш тартибини изохланг.
13. Юпқа қатламли пластинкалар ёрдамида хроматограммалар тартибини изохланг.
14. Моддаларни юпқа қатламли хроматографик жараёнда тақсимланиш механизми қандай?
15. Органик дори воситаларини хроматографик «скрининг» ёрдамида аниқлашда қандай мақсадлар ечими кузатилади?
16. Хроматографик «скрининг» неча йўналишда бажарилади?
17. Хроматографик «скрининг» анализда текширилувчи намуна эритмаси стартда белгиланган неча нуқтага томизилади? Мақсадлари.
18. Кислотали, нейтрал ва кучсиз асос хоссали моддаларни 1 босқичда аниқлашда қўлланиладиган умумий танловчи реакцияларни изохланг.
19. Кислотали, нейтрал ва кучсиз асос хоссали моддалар неча зоналарда хроматографик тақсимланади?
20. «А» деб белгиланган нуқтадаги доғларни аниқлаш тартибини тушунтиринг.
21. «Б» деб белгиланган нуқтадаги доғларни аниқлаш тартиби қандай?
22. «В» деб белгиланган нуқта ёки чизикдаги доғлардаги моддалар қандай эритиб олинишини изохланг.

23. Кислотали, нейтрал ва кучсиз асос хоссали мақсадларни 2 босқичда хроматографик аниқлаш тартибини изохланг.
24. зонанинг хусусий системада аниқлаш тартиби қандай бажарилади?
25. зонанинг хусусий системада аниқлаш тартиби қандай бажарилади?
26. зонанинг хусусий системада аниқлаш тартиби қандай бажарилади?
27. зонанинг хусусий системада аниқлаш тартиби қандай бажарилади?
28. зонанинг хусусий системада аниқлаш тартиби қандай бажарилади?
29. Кофеин, теобрамин ва теофиллинни юпқа қатлам хроматографик аниқлаш қандай бажарилади?
30. Асосли ва кучсиз асосли хоссага эга бўлган моддалар стартда нечта нуқтага ўтказилади?
31. Асосли ва кучсиз асосли хоссага эга моддалар нечта зоналарга тарқалади?
32. «А» нуқтадан хроматографик доғлар қандай аниқланади?
33. «Б» нуқтадаги хроматографик доғлар қўшимча қандай аниқланади?
34. «В» нуқтадаги доғларни элюация қилиш тартибларини изохланг.
35. Асос хоссали моддалар 1 зонасини хусусий системаларда аниқлаш тартибини ихохланг.
36. Асос хоссали моддалар 2 зонасини хусусий системаларда аниқлаш тартибини ихохланг.
37. Асос хоссали моддалар 3 зонасини хусусий системаларда аниқлаш тартиби қандай?
38. Асос хоссали моддалар 4 зонасини хусусий системаларда аниқлаш тартиби қандай?
39. Амидопирин хусусий ЮҚХ таҳлили жараёнини изохланг.
40. Хининни хусусий ЮҚХ таҳлили жараёнини изохланг.

18- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. GAZ XROMATOGRAFIYA TAHLIL USULI UCHUN DORI VOSITALARINI TAYYORLASH VA CHINLIGINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

- 1)GSX asbob qismlari bilan tanishtirish.
- 2) Detektor qurilmasi turlari hamda ular bajaradigan vazifalarini o'zlashtirish.
- 3) GSX uchun namuna tayyorlash tartibi bilan tanishish.
- 4) Xromatogramma orqali ushlanish parametrlarini aniqlash.
- 5) Dori moddalar tozaligi va chinligini aniqlash.

Mashg'ulot maqsadi:Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni gaz suyuqlik xromatografiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GSX tahlil asoslarini o'rgatish, gaz suyuqlik xromatografiyasi uchun mos sorbentlarni o'rganish, sorbentlarga qo'zg'almas suyuq fazalarni o'tkazish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar:Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar,xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikroshprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz.

Gaz suyuqlik xromatografiyasi (GSX) moddalar aralashmasini tarkibiy qismlarga ajratib, ularni sifat va miqdorini aniqlashda keng qo'llaniladi. Bunda aralashmadagi tarkibiy qismlarni bir-biridan ajralishi, ularning fizik-kimyoviy xususiyatlariga qarab amalga oshadi. Xromatografik kolonkada qo'zg'almas va qo'zg'aluvchi faza o'rtasida moddalar taqsimlanadi. Ular bir necha marotaba adsorbsiya, desorbsiya jarayonlariga uchraydi. Aralash dori vositalarini bir-biridan ajratish mahsus gaz suyuqlik xromatografik qurilmalarda amalga oshiriladi. Bu qurilma quyidagi qismlardan tashkil topgan:

1. Qo'zg'aluvchi faza manbai (gaz baloni);
2. Gazni bosimni o'lchab zarur bosimda uzatib beruvchi qurilma-reduktor;

3. Tekshiriluvchi aralashmani tahlil uchun yuboriladigan qism-dozator;
4. Xromatografik kolonka;
5. Kolonkadan chiqayotgan moddalarni ayrim fizik-kimyoviy xususiyatlariga asoslanib aniqlovchi qism-detektor;
6. Detektor o'zgarishini qayd qiluvchi qism-yozib oluvchi moslama-potensiometr.

Qurilmada dozator, kolonka va detektor lar alohida termostatga joylashtirilgan bo'lib, istalgan haroratda qizdirish mumkin.

Xromatografik kolonkadan chiqayotgan gaz tarkibining o'zgarishi detektorda seziladi va bu yozib oluvchi moslamada qayd etiladi. Ikki turdagi, integral va differensial detektorlar mavjud bo'lib, integral detektor signali asosan gaz oqimidagi tekshiriluvchi moddaning umumiy massasiga to'g'ri proporsionalligi asosida aniqlanadi. Detektor orqali toza gaz o'tganda, xromatografik qog'oz tasmasida gorizontall to'g'ri chiziq chiziladi. Detektorga biror aralashma kelib tushganda gaz va ajralgan modda aralashmasi xromatogrammada pog'onali chiziqlar paydo bo'ladi, bu pog'onalarning balandligi ajralgan moddaning gaz oqimidagi miqdoriga mutanosib bo'ladi.

Ko'pchilik xromatograflarda asosan differensial detektorlar ishlatilib, bu detektorlar xromatografik kolonkada ajralayotgan moddaning miqdorini gaz oqimida vaqt birligidagi o'zgarishini ko'rsatadi. Differensial detektorlar konsentratsion va oqimli detektorlarga bo'linadi.

Konsentratsion detektorlarga-katarometr misol bo'lib, u kolonkadan o'tayotgan qo'zg'aluvchi gazlarning issiqlik o'tkazish o'zgaruvchanligini aniqlaydi. Bu detektorning ishlashi qizdirilganda gazlarning issiqlik o'tkazishisha bog'liq holda elektr o'tkazgichlarning qarshiligining o'zgarishiga asoslangan. Bunda elektr o'tkazgichlar yordamida toza gaz va gazning tekshiriluvchi modda bilan aralashmasi orasidagi issiqlik o'tkazish effektlari farqi aniqlanadi.

Elektr o'tkazgichning qarshiligi asosan gaz oqimidagi moddaning konsentratsiyasiga munosib holda o'zgaradi.

Oqimli detektorlarga ionizatsion – alangali detektorlar misol bo'lib, bunda organik moddalarni ikki elektrod o'rtasidagi vodorod alangasida yonib ionlashgan radikallar hosil qilish va shu modda konsentratsiyasiga nisbatan ionlarning munosib ravishda oshishi bilan xarakterlanadi.

Gaz suyuqlik xromatografiyasida detektorlardan kelayotgan impulsni potensiometrlar yordamida xromatografik qog'ozlarga yozib olinadi. Detektorlardan olingan signallar gaz oqimi, hajmi yoki kolonkalardan ajralayotgan moddaning kolonkada ushlanish vaqti, xromatografik cho'qqi balandligi, xromatografik cho'qqi asosi, xromatografik cho'qqi yuzasi kabi ko'rsatkichlar bilan xarakterlanadi.

Moddaning xromatografik kolonkada ushlanish vaqti, moddani xromatografik kolonkaga yuborilgan vaqtdan uni kolonkadan eng ko'p miqdorda ajralib chiqishigacha sarflangan vaqt bilan belgilanadi. Bu vaqt moddalarning gaz xromatografik tahlil qilishda bir xil sharoit saqlanganda moddalar sifatini aniqlovchi asosiy ko'rsatkich bo'lib hisoblanadi.

Gaz xromatografiyasida moddalarni ajratishda qo'zg'aluvchi faza sifatida asosan inert gazlar: azot, geliy, argon; sorbentlar sifatida esa inzim g'ishti, xemosorb, xromaton, deserb va shu kabi turli g'ovak moddalar ishlatiladi.

Xromatograflardan: Svet-6, Svet-100, LXM-4, LXM-8MD, gazoxrom va boshqalar mavjud.

Ish boshlashdan avval gaz xromatografini uchiruvchi (dozator) blokidagi tiqinchalarni zich yopilganiga ishonch hosil qilish, buning uchun kichkina shyotka yordamida uchiruvchi blokidagi tahlil uchun modda yuboriladigan qismga (dozator) sovun eritmasi (ko'pigi) surtiladi. Bunda havo pufakchalari paydo bo'lmasligi, uchiruvchi bloki zich yopilgandan dalolat beradi. Agarda havo pufakchalari hosil bo'lsa, u holda rezina tiqinchani o'qituvchi ishtirokida almashtirish zarur. Tiqinchalarning zich yopilganligi butun laboratoriya mashg'uloti davomida tekshirilib turilishi lozim.

Gaz xromatografik tahlilida avval o'zi yozuvchi blokni diagramma tasmasini ishga tushiriladi. Xromatogrammani yozuvchi blok tutqichi asosiy va ko'rsatkich barmoq bilan 3-4 sm o'ng va chap tomonlarga asta-sekin suriladi, bunda pero asl holiga kelishi kerak. So'ng mikroshpits bilan 0,5 mkl tozalangan suv va 0,5 mkl havo olib xromatografning uchiruvchi blokiga yuboriladi, bunda tekshiriluvchi moddani dozatorga yuborilishi sekundomer yordamida belgilanadi va diagramma tasmasida yuborilgan toza havoning egri chizig'i paydo bo'lishi kuzatiladi va shu egri chiziq ro'parasiga "havo" deb yozib

qo'yiladi. Havo tahlili gaz xromatografining sezgirlik darajasi – x,I da olib boriladi. Xromatografning sezgirlik darajasi qog'oz tasmasda tekshiriluvchi tahlil nomi qatoriga yozib qo'yiladi. Masalan: x, I.

Suv bug'ining hamda havoning xromatografik tahlili laboratoriya mashg'uloti boshida, o'rtasida va oxirida tekshirib ko'riladi. Xromatograf havo yordamida tekshirilgandan so'ng unga o'qituvchi tomonidan berilgan aniq moddaning aralashmasi namunasi yoki toza holda eritma yuboriladi.

Xozirgi vaqtda bozor iqtisodiyotiga o'tish munosabati bilan tayyor dori vositalarini ishlab chiqishda va is'temolchiga etkazib berishda olib boriladigan nazorat susaymoqda. Natijada dori vositalarini sifatini talabga javob bermaydigan holatlar uchramoqda. SHuningdek qalbakilashtirilgan dorilar salmog'i ham oshib bormoqda. Bunday holatlarni oldini olish uchun zamonaviy, sezgir va dori vositalarini tarkibiy qismlari bo'yicha sifatini hamda miqdorini aniqlash imkonini beradigan gaz xromatografik usullardan foydalaniladi.

Masalan: ayrim dori vositalari tarkibiga etil spirti kiradi. U asosan erituvchi modda sifatida qo'llaniladi. Bunday dori vositalari qatoriga kamfor spirti, salitsil kislota spirtli eritmasi, bor kislotasining spirtli eritmasi, 5%, 10% yodning spirtli eritmalari hamda valerianka, arslon quyruq, do'lana, karvalol va boshqa nastoykalar kiradi.

Ushbu dori vositalarining tarkibiga kiruvchi etil spirtini turli miqdordagi va turli konsentratsiyadagi eritmalari tashkil etadi. Bunday dori vositalarini ishlab chiqaruvchi korxonalar, ayrim hatoliklarga yo'l qo'ygan holatda, dori vositasi tarkibidagi etil spirtini miqdori davlat farmakopeyasi talablariga javob bermay qolishi mumkin. Yoki ayrim shaxslar tomonidan kichik moslamalarda ushbu dorilarga o'xshash qalbaki dorilar tayyorlanishi mumkin va bu mahsulot is'temolchilarga etib borishi ham mumkin.

YUqorida qayd etilgan holatlar oldini olish uchun dori vositalarini qat'iy nazorat ostiga olish lozim. Ko'rsatilgan misolda etil spirtini dori vositalari tarkibida bor-yo'qligini va miqdorini aniqlash muhim. SHu sababli uni zamonaviy sezgir usulda aniqlash maqsadga muvofiq. SHunday qilib, etil spirtini sifatini gaz xromatografik usulida aniqlashni ko'rib chiqamiz. Buning uchun quyidagi vazifalarni bajarish lozim:

1. Xromatografik kolonkalarining o'lchamlari 100 x 0,6 sm.

2. Qo'zg'almas fazani ushlab turuvchi qattiq faza, natriy ishqori va alkilsulfanatning natriyli tuzlari (0,3g dan) bilan ishlangan inzim g'ishti – 600 (0,25-0,5 mm).

3. Qo'zg'almas faza – SHostakov balzami (vinilin), qattiq faza ustiga 1:5 nisbatda shimdiriladi.

4. Xromatografik kolonka va detektor blokining harorati 75⁰S dozatorning harorati – xona haroratida bo'ladi va xona haroratidan 100⁰S da o'zgarishi spirtlarning ajralishiga ta'sir etmaydi.

5. Qo'zg'aluvchi faza (gaz) – azot.

6. Gazning tezligi – 50-60 ml/min.

7. Detektor toki – 60-100 MA.

8. Xromatogrammani yozish masshtabi 1:1.

9. Xromatografik qog'oz tasmasining harakat tezligi 720 mm/soat.

Spirtlarni tahlili tekshiriluvchi diagramma tasmasini yurgizish bilan boshlanadi. Bunda xromatografga havo namunasi yuborib ko'rilgandan so'ng, unga quyidagi usulda olingan alkilnitritlarning aralashmasi yuboriladi: 0,5 ml spirtlar aralashmasini 0,5 ml 50% uchxlorsirka kislotasi saqlagan pensillin idishchasiga solinadi. So'ngra shisha idishcha rezinka tiqin bilan yopilib maxsus tayyorlangan qurilmaga o'rnatilib, aralashtiriladi va unga shprints yordamida 0,25ml 30% natriy nitrat eritmasi yuboriladi. Olingan aralashmani 1 daqiqa davomida tik tutgan holda aralashtirib, shprints yordamida 2 ml, gaz - havo qismidan olinib, xromatografni tahlil namunalarini yuboruvchi qismga yuboriladi. Bunda aralashmaning yuborilgan vaqti, xromatogramma egri chizig'ining eng baland nuqtasini hosil bo'lish vaqtlari (yoki masofasi) belgilanadi. Buning hammasini talabalar o'zlarining ish daftariga yozib oladilar.

Xromatogrammani tahlil qilish.

Xromatogrammani tahlil qilish xromatogrammada chiqqan havo egri chizig'ining baland nuqtasi hosil bo'lguncha sarf bo'lgan vaqtni (min), yoki masofani (mm) o'lchashdan boshlanadi. Bu vaqt yoki masofa kalonkaga yuborilgan havoning sorbsiyalashmagan (yutilmagan) gazning xromatografik kalonkada ushlanishi "o'lik" vaqti (t_m), yoki o'lik masofa (l_m) deb yuritiladi. Vaqt sekundamer (sek), masofa esa chizg'ich (mm) yordamida o'lchanadi. Diagramma tasmasi bir xil tezlikda xarakatlanganida

o'lgan masofani mm-da, diagramma tasma-sining aylanish tezligiga (mm/sek) nisbati moddaning xromatografik kalonkada ushlanish vaqtini ko'rsatadi.

Adsorbsiyalanmagan havo hosil qilgan egri chizig'i maksimumidan, tekshiriluvchi modda egri chizig'ining maksimumigacha bo'lgan masofa farqi esa, tuzatilgan masofa, vaqt birligida bo'lsa, tuzatilgan vaqt deb yuritiladi va quyidagicha hisoblanadi:

$$t_{isp} = t - t_m$$

$$I_{isp} = I - I_m$$

t, I- tahlil qilinayotgan moddaning xromatografik kalonkadan uni xromatografik egri chizig'ining maksimumigacha bo'lgan vaqt (yoki masofa).

Tahlil qilinayotgan modda sifatini aniqlashda asosan tuzatilgan ushlanish vaqti qo'llaniladi. Bu vaqt tekshiriluvchi modda molekulalarining qo'zg'almas fazada ushlanish vaqtini ko'rsatadi.

Tekshiriluvchi moddaning nisbiy ushlanish vaqti yoki masofasi bu tekshiriluvchi modda ushlanish vaqtini yoki masofasini standart modda ushlanish vaqtiga yoki masofasiga bo'lgan nisbatidir.

$$t_{nisbiy} = \frac{t_{\text{tekshiriluvchi modda}}}{t_{\text{standart modda}}} : I_{nisbiy} = \frac{I_{\text{tekshiriluvchi modda}}}{I_{\text{standart modda}}}$$

Xozirgi vaqtda gaz suyuqlik xromatografiyasi (GSX) usuli bilan murakkab dori vositalarini tashkil etuvchi komponentlarga ajratib, ularni sifatini hamda miqdorini tahlil qilishda, eng qulay usullardan biri hisoblanadi. GSX tahlil sharoitlarini (kolonka haroratini, qo'zg'atuvchi faza oqimi tezligini, qo'zg'almas suyuq fazaning fizik-kimyoviy xususiyatlari) o'zgartirib bir guruxga mansub, fizik-kimyoviy xususiyatlari bir-biriga yaqin dorivor moddalarni bir vaqtda bir-biridan ajratib tahlil qilish mumkin. Dori vositalarining sifatini nazorat qilishda, farmakokinetikasini, metabolizmini o'rganishda bu usul juda qo'l keladi. Tahlil natijasida hosil bo'lgan xromatogramma asosida dori vositalarini sifatini va miqdor jihatdan sharhlash mumkin.

Tahlil sharoitlari o'zgarmagan holda har qanday modda uchun ushlanish vaqti va masofasi sifat ko'rsatkichi bo'lib xizmat qiladi.

Xromatogrammadagi cho'qqining balandligi yoki yuzasi uning miqdoriga to'g'ri proporsionaldir. Modda miqdori oshishi bilan xromatogramma cho'qqisining balandligi va yuzasi ham oshadi. Xromatografik cho'qqilarini yuzasini turli usullarda aniqlanadi:

1. Planimetrik usulda
2. Cho'qqini konturi bo'yicha qirqib olib tortish.
3. Cho'qqini balandligi va uning yarmidagi kengligiga ko'paytmasi bo'yicha.
4. Cho'qqining turli balandligidagi kengliklarini o'rtacha qiymatini uning balandligi ko'paytmasi bo'yicha.
5. Cho'qqini turli geometrik shakllarga bo'lib, uning yuzasini hisoblash bo'yicha.
6. Cho'qqining ikki yon tomonlariga to'g'ri chiziq o'tkazib, asosi bilan birlashtirib, hosil bo'lgan uchburchakning yuzasini hisoblash bo'yicha.
7. Elektron integratorlardan foydalanish.

Mustaqil tayyorlanish uchun savollar.

1. Gaz xromatografining tuzilishi qanday qismlardan iborat?
2. Detektor, ularning turlari va vazifalari?
3. Ushlanish vaqti ko'rsatkichi uni ahamiyati nimada?
4. Etil spirtini gaz-xromatografik usulda tahlilini olib borish jarayoni nimaga asoslangan?
5. Qanday tartibda moddalarni gaz-xromatografika yubrishni talab etiladi?
6. Moddalarni gaz-xromatografik tahlilida qo'llaniladigan ko'rsat- kichlar va ularni ahamiyati nimada?
7. Dori vositalarini sifatini aniqlashda gaz xromatografik usulning ahamiyati nimaga asoslangan?
8. Xromatografik tasmada hosil bo'ladigan cho'qqilarni aniqlash usullari qanday olib boriladi?

19- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. GAZ XROMATOGRAFIYA USULIDA DORI VOSITALARINI MIQDORINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

- 1) GSX uchun namuna tayyorlash va uni miqdoriy tahlil uchun tekshirish.
- 2) Xromatogramma orqali ushlanish parametrlarini aniqlash.
- 3) Cho'qqi yuzasini aniqlash usullarini o'zlashtirish
- 4) Aniqlangan cho'qqi yuzasi orqali dori modda miqdorini aniqlash.

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Gaz suyuqlik xromatografiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GSX tahlil asoslarini o'rgatish, gaz suyuqlik xromatografiyasi uchun mos sorbentlarni o'rganish, sorbentlarga qo'zg'almas suyuq fazalarni o'tkazish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quv qo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikrosheprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallar, skotch, qog'oz.

Yuqorida keltirilgan usullar hosil bo'lgan xromatografik cho'qqiga asosanib modda miqdorini aniqlashda qo'llaniladi.

Tahlil davomida uchrashi mumkin bo'lgan hatoliklarni oldini olish uchun xromatografik tahlil bir xil o'zgarmagan sharoitda olib boriladi.

Dori moddalarini miqdorini tahlil qilishda avval shu dori vositasini standarti bilan kalibrlanadi.

Kalibrlash uch xil usulda olib boriladi.

1. Ichki standart bilan kalibrlash.
2. Absolyut kalibrlash.
3. Ichki normallashtirish usulida kalibrlash.

Har uchchala usulni amalda bajarish uchun aniq miqdorda olingan standart moddalar bilan tahlil olib borilib, cho'qqi yuzasi yoki balandligi istalgan usul bilan o'lchanadi va kalibrlash chizmasi chiziladi. Tayyorlangan kalibrlash chizmasi o'rganilayotgan moddani miqdorini aniqlashda ishlatiladi.

Dori vositalari tarkibidagi etil spirtini miqdorini aniqlash uchun quyidagi tartibda tahlil qilinadi.

Dori vositalari tarkibidagi etil spirtini (borli spirt, valokardin, karvalol) gaz xromatografik usulda tekshirishda o'lchov chizmasi tuziladi.

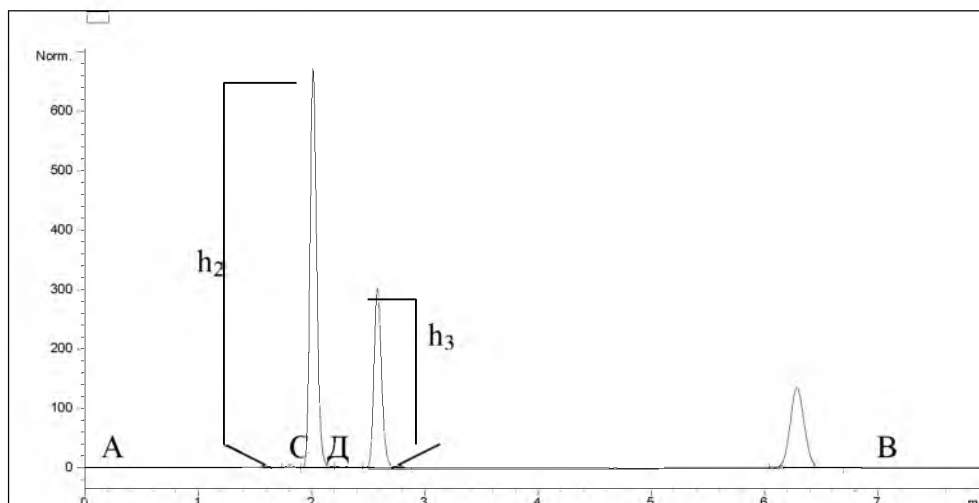
O'lchov chizmasi tuzishda etil spirtining standart eritmalaridan foydalaniladi. Bunda 1,00; 2,00; 3,00 va 4,00% spirt saqlagan eritmalar qo'llaniladi.

Penitsillin idishchasiga 2 ml, ichki standart sifatida, propil spirti eritmasi (4%) va 2 ml etil spirtining standart eritmasidan solinadi. Eritmalar yaxshilab chayqatilib, undan 1 ml boshqa toza penitsillin idishga o'tkaziladi. Qolgan amaliy ishlar yuqorida ko'rsatilgan tartibda olib boriladi.

So'ngra xromatogrammada olingan etil spirt hamda propil spirtlarning egri chiziqlari balandligi nisbatini hisoblab, 100 raqamiga ko'paytiriladi. Olingan natijalar millimetrlilik qog'ozga o'tkaziladi. Bunda ordinat o'qiga egri

chiziqlar balandligining nisbati h_2/h_3 absiss o'qiga etil spirtining standart eritmadagi miqdori (%) qo'yiladi.

Xromatogramma egri chiziqlari cho'qqi balandligini o'lchash chizmasi



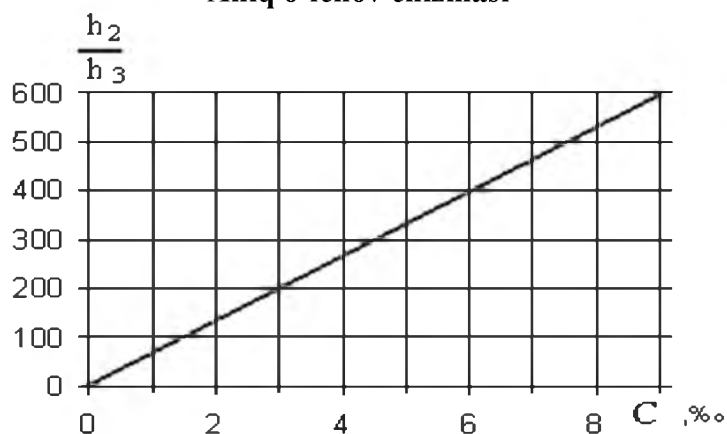
AV-xromatogrammaning asosiy yo'li

SD- egri chiziqli asosi

h_2 - etilnitritning egri chiziqli balandligi, mm da,

h_3 - propilnitritning egri chiziqli balandligi, mm da.

Aniq o'lchov chizmasi



h_2 - etilnitritning egri chiziqli balandligi, mm da,

h_3 - propilnitritning egri chiziqli balandligi, mm da.

Dori vositalari tarkibidagi etil spirti miqdorini gaz-xromatografiyasi usulida aniqlash.

Penitsillin idishchalariga 2 ml ichki standart modda sifatida propil spirti eritmasidan (4%) va 2 ml tekshiriluvchi modda solinadi.

Idishchadagi moddalar yaxshilab aralashtirilib, so'ngra undan 1 ml olib tekshiriluvchi moddani ichki standart modda bilan aralashmasi boshqa toza idishchaga o'tkaziladi va yuqorida berilgan tartibda reaktivlar qo'shiladi.

Idishchadagi aralashma 1 daqiqa davomida chayqatilib, undan shprits yordamida 3 ml havo-gaz qismidan olinib, xromatografning uchirgich kamerasiga yuboriladi. Etil spirtini aniqlash ikki qayta takrorlanadi. Agarda shu ikki qayta tekshirishda hosil bo'lgan egri chiziqlarning balandligi bir-biridan 4-5% atrofida farq qilsa, tekshiriluvchi uchinchi marotaba qaytariladi.

Etil spirtini miqdorini, xromatogrammada hosil bo'lgan etilnitritning egri chiziqli balandligi, shu xromatogrammadagi propil-nitrit egri chiziqli balandligiga nisbati asosida, standart eritmalar yordamida olingan aniq o'lchov grafigi bo'yicha hisoblanadi. Hisoblanishni osonlashtirish hamda kasrli sonlarni kam ishlatish maqsadida olingan natija 100 ga ko'paytirib hisoblanadi.

Alanga ionlovchi detektorli gaz xromatografik usul yordamida spirlarni aniqlash

Alanga yordamida ionlovchi detektorli xromatograf.
Sorbent xromaton 0,16-0,20 mm o'lchamli kukuni.
Qo'zg'almas faza polietilenglikol – 300 (PEG-300) sorbentga nisbatan 15 % olinadi.
Kolonka o'lchami 0,4 x 150 sm
Kolonka harorati 67⁰S
Detektor va injektor harorati 110⁰S
Qo'zg'aluvchi gaz-azot, sarfi 40 ml/daqqa
Vodorod gazi sarfi 28 ml/daqqa
Kislород gazi sarfi 300 ml/daqqa
Diagramma tasmasining tezligi 720 mm/soat

Spirtlarni alanga yordamida ionlovchi detektorlar uchun aniq o'lchov chizmasini olish

Penitsillin idishchasiga 1 ml hajmda 0,5 ‰, 1‰, 2‰, 3‰, 4‰, 5‰ va 6‰ spirt saqllovchi eritmalardan 1 ml olinib, hajmi 5ml etguncha tozalangan suv qo'shiladi, rezina tiqinlar yopilgach idishchalar zich yopiladigan moslamaga joylashtirilib, qaynab turgan suv hammomida 5 daqiqa ushlanadi. So'ng shpirts yordamida 1 ml por qismidan olinib, xromatografning alanga yordamida ionlovchi detektor injektoriga yuboriladi. Bunda diagramma tasmasida 2 daqiqa 15 soniyada xromatografik cho'qqilar hosil bo'ladi. Usul sezgirligi etil spirti uchun 5 mkg ga teng.

Olingan natijalarga asoslanib aniq o'lchov chizmasi konsentratsiyasida xromatogrammada cho'qqilar balandligi asosida tuziladi va uni dori vositalari tarkibidagi spirt miqdorini aniqlash uchun qo'llaniladi.

Buning uchun dori vositalari tarkibida bo'lishi mumkin bo'lgan konsentratsiyasi asosida 1-6‰ orasidagi eritmasi tayyorlanib yuqoridagi talabga mos tahlil o'tkaziladi hamda spirt miqdori o'lchov chizmasidan foydalanib aniqlanadi.

Gaz xromatografik tahlilida alanga ionizatsion detektori (AID) eng ko'p tarqalgan va qulay usullardan hisoblanadi.

Alanga ionizatsion detektor yuqori sezgirlikka ega bo'lib, tuzilishi sodda, kam hajimga ega hamda mikronasadkali va kapillyar kalonkalarda qo'llaniladi. Bu tur detektorlar qo'zg'aluvchi gaz sarfi, bosimi va haroratini o'zgarishlarini sezuvchanligi kam bo'lganligi tufayli, kalonka haroratini o'zgarishlari asosida bajariluvchi tahlillar olib borish uchun qulay hisoblanadi.

Alanga ionizatsion detektor ko'pchilik organik moddalar tahlilida yuqori sezgirlikka ega. Bu detektor qo'zg'aluvchi fazadagi hamda aniqlanuvchi namunadagi aralashgan suvga nisbatan kam sezgir bo'lganligi tufayli atrof muhit hamda tarkibida suv saqllovchi moddalar tahlili uchun qulay.

Detektorda ionlantiruvchi manbai sifatida yonayotgan vodorod alangasidan foydalaniladi.

Tekshiriluvchi modda namunasi xromatografik kalonkadan qo'zg'aluvchi gaz bilan aralashgan holda alanga yuboriladi. Detektorda ikkita potensial va kollektorli elektrodlar mavjud bo'lib, potinsial elektrodda ionlar jamlanadi, kolektor esa detektor signalini yozib olinadi.

Alanga ionizatsion detektor - detektor korpus, yonish manbai elektrodlar, muhofazalovi qoplama, havo, vodorod va qo'zg'aluvchi gazlarni kirituvchi qurilma hamda alangani yoqish uchun spiralsimon qurilmadan tarkib topgan.

Talabalar bilimini tekshirish uchun savollar

1. Qanday kalibrlash usulida dori vositalari miqdorini aniqlash amalga oshiriladi?
2. Qanday ko'rsatkichlar asosida moddani miqdoriy tahlili olib boriladi?
3. Etil spirtini miqdoriy tahlilini amalga oshirishda qanday eritmalardan foydalaniladi?
4. Nima sababdan standart taqqoslovchi eritma sifatida propil spirti foydalaniladi?
5. Qon va peshob tarkibidagi etil spirtini miqdorini aniqlash qanday olib boriladi?
6. Alanga ionlovchi detektor yordamida etil spirtini aniqlash qanday xususiyatga ega?

20- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. GAZ XROMATO-MASS SPEKTROSKOPIK USULIDA DORI VOSITALARINI CHINLIK VA MIQDORINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Gaz xromato –mass spektroskopiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GXMS tahlil asoslarini o'rgatish, GXMS usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikroshpits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallar, skotch, qog'oz.

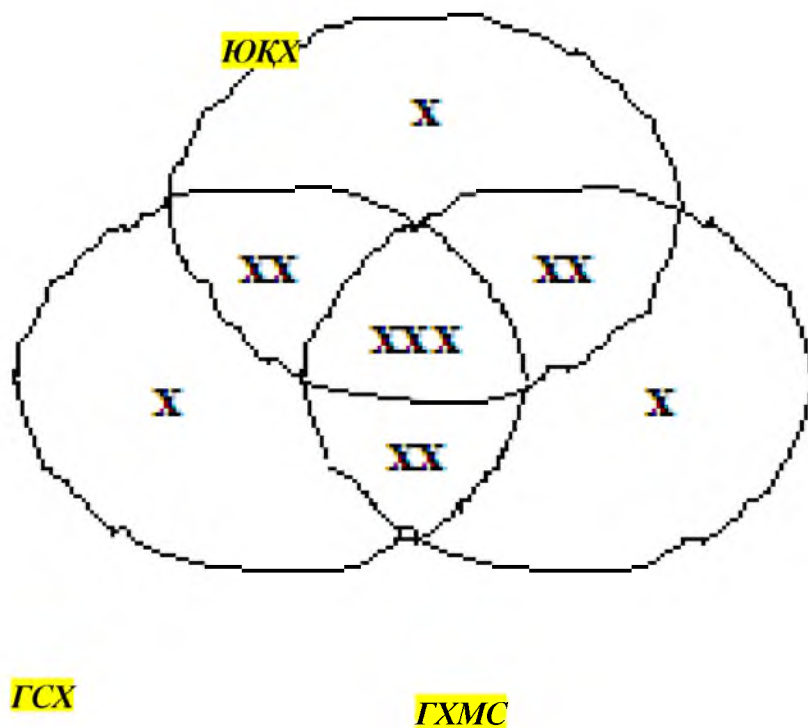
TARKIBIDA GIYOXVAND YOKI PSIXOTROP MODDA SAQLANGAN NAMUNANI GXMS USULIDA TAHLIL QILISH

Tekshirish uchun taqdim qilingan namuna 1-4 larning tarkibida giyohvand vosita va psixotrop moddalar bor yoki yo'qligini aniqlash maqsadida tayyorlangan eritmalaridan mikroshpits yordamida 1 mkl.dan olib AT 5973 inert rusumli xromato-mass-spektrometrdagi DrugSP-SHORT-SPLITLESS-100-H₂M usuli bilan tekshirildi (tahlil sharoiti quyidagicha: NR-5MS 5% li fenilmetilsiloksan bilan koplangan kapillyarli kolonka, uzunligi 30 metr, mass-selektiv detektor, gaz tashuvchi – vodorod, injektorning harorati 280⁰ S, kolonka harorati programmashtirilgan 150 dan 280 S gacha, analiz uchun olingan namunaning miqdori 1mkl).

Tekshirilayotgan namunalarning xromatogramma va mass-spektrlarining piklarini mass-spektrlarning NIST02.L, NIST11.L, Wiley275.L, SWDRUG.L, CAYMANSPECTRA.L, SWDRUG 3.5.L nomli ma'lumotlar bazasi kutubxonasidan identifikatsiya qilindi.



VENNA DIAGRAMMASI



- * **VENNA DIAGRAMMASI**–2-3 jihatlarni hamda umumiy tomonlarini solishtirish yoki taqqoslash yoki qarama-qarshi qo'yish uchun qo'llaniladi.
- Tizimli fikrlash, solishtirish, taqqoslash, tahlil qilish ko'nikmalarini rivojlantiradi.
- Diagramma Venna tuzish qoidasi bilan tanishadilar. Alohida kichik guruhlarda diagramma Vennani tuzadilar va kesishmaydigan joylarni (x) to'ldiradilar.
- Juftliklarga birlashadilar, o'zlarining diagrammalarini taqqoslaydilar va to'ldiradilar
- Doiralarni kesishuvchi joyida, ikki (XX) yoki uch (XXX) doiralar uchun umumiy bo'lgan, ma'lumotlar ro'yxatini tuzadi

YUQX, GSX VA GXMS TAHLIL USULLARINI TAQQOSLANG.

21- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. YUSSX TAHLIL USULINI AMALGA OSHIRISH UCHUN YUSSX QURILMASINI TAHLILGA TAYYORLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. YUSSX qurilmasining tarkibiy qismlari va ularning funksiyalari.
2. YUSSX tahlil uchun mobil faza tayyorlash.
3. YUSSX qurilmasi kanalini yuvish.
4. YUSSX taxlilda kolonkani yuvish

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni YUSSX usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

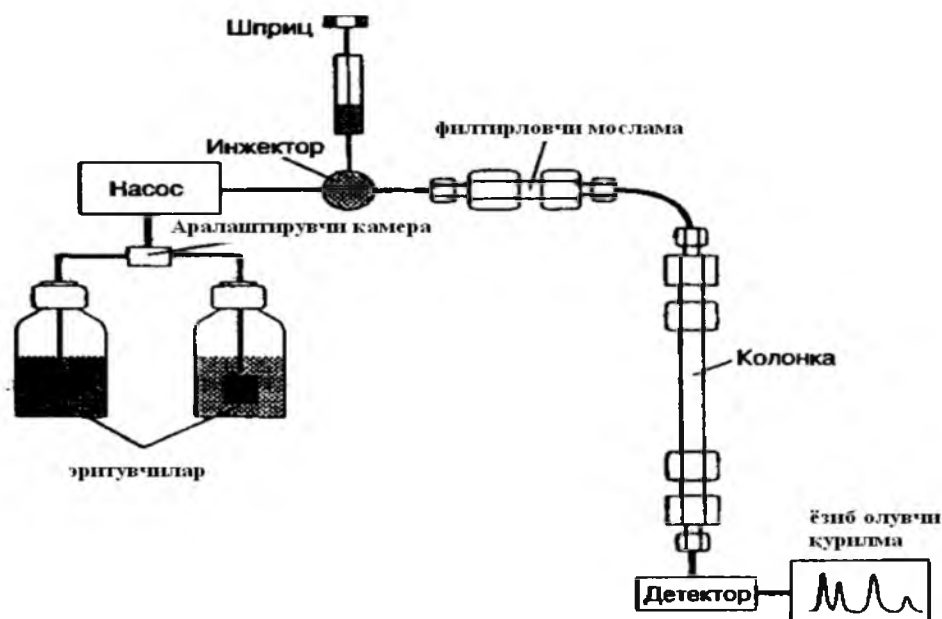
Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga YUSSX tahlil asoslarini o'rgatish, YUSSX usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, YUSSX qurilmasi, analitik tarozi, Distillyator, voronka, mikroshprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, filtr qog'oz.

Usulni olib borishda foydalaniladigan qurilma tuzilishi.

YUSSX usulni olib borishda quyidagi rasmda keltirilgan qurilmalardan foydalaniladi.



2-rasm. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilish chizmasi.

Apparatni bir meyorda ishlashi uchun erituvchi solinadigan moslama 1000 ml hajmida bo'lishini talab etiladi. Ko'p holatlarda bu moslama suyuqlik tarkibidagi gazlarni yo'qotish asboblari bilan uzviy bog'liqlikda ulangan bo'ladi.

Suyuqlikni kolonkaga o'tkazishda nasosning ahamiyati kattadir. Bunda suyuqlik tezligi 10 ml-min, hamda 300-400 atm. Bosim oralig'ida harakatlanadi. Aniqlanuvchi moddani kolonkaga dozator orqali eritma holida yuboriladi. Kolonkalar asosan zanglanmaydigan po'lat, hamda shisha va titan naychalardan tayyorlanadi. Shisha kolonkalardan foydalanishda tashqaridan kuzatishga imkoniyat baladi, lekin ichki bosimni 70 atm. dan yuqoriga ko'tarish maqsadga muvofiq emas. Kolonkalar termostatga joylashtirilgan bo'lib, asosan ichki diametri 2-4 mm, uzunligi 10-50 sm ni tashkil etadi.

Kolonkadan o'tayotgan suyuq erituvchini harakatini doimiy ravishda detektor orqali tekshirib beriladi.

Detektorlar ikki guruhga: o'ziga xos guruh moddalarni xususiyatini aniqlashga hamda universal xususiyatni namoyon etadigan o'ziga xos guruh moddalarini aniqlashda fluoressensiyalanish va boshqa elektrokimyoviy usullar yordamida aniqlashga asoslangan. Unga asosan dori vositalarining kam miqdorini biologik suyuqliklar tarkibidagi chiqindi moddalarni va qo'shilmalarni aniqlashda foydalaniladi. Universal detektorlar yordamida moddaning bor yoki yo'qligidan qat'iy nazar suyuqlikdan ajralib chiqayotgan har qanday moddani xususiyatini aniqlashga qodirdir. Bu usul hozirgi kunda neft kimyosi, oziq-ovqat sanoati va farmatsiya ishlab chiqarish sanoatlarida keng foydalanib kelmoqda.

Detektorlarga qo'yilgan talablar:

- a) yuqori sezgirlikka ega bo'lishi;
- b) tekshirilayotgan modda detektor orqali o'tayotganda parchalanmasligi;
- v) haroratni o'zgarishi, suyuqlikning oqim tezligi, hamda qo'llanilayotgan erituvchining tarkibi detektorning ishlash jarayoniga ta'sir ko'rsatmasligi;
- g) detektor tekshiriluvchi moddani sifatini va miqdorini aniqlashda asosiy ko'rsatgichni bera olishi lozim.

Quyidagi jadvalda YUSSX usulini olib borishda nur o'tkazuvchanlik xususiyatiga asoslanib keng foydalaniladigan erituvchilar keltirilgan.

1-jadval

Эритувчилар	полярлик индекси P'	Элюорланиш кучи (SiO_2)	УБ- ўтказув- чанлик, нм
Фторалкан	< -2	-0,2	200
Циклогексан	0,04	0,03	200
н-Гексан	0,1	0,01	195
Тетрахлорметан	1,6	0,11	265
Диизопропиловый эфир	2,4	0,22	220
Толуол	2,4	0,22	285
Диэтиловый эфир	2,8	0,38	215
Дихлорметан	3,1	0,34	230
Тетрагидрофуран	4,0	0,35	210
Хлороформ	4,1	0,26	235
Этанол	4,3	0,68	205
Уксусная кислота	4,4	0,38	255
Диоксан	4,8	0,49	215
Метанол	5,1	0,73	205
Ацетонитрил	5,8	0,50	190
Нитрометан	6,0	0,49	380
Сув	10,2	Юкори	170

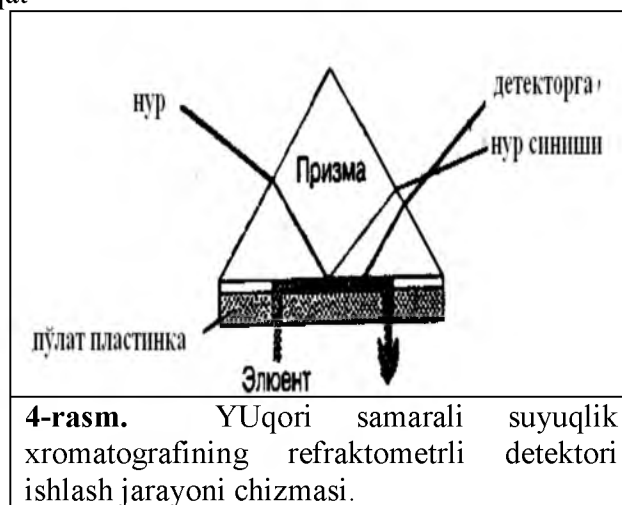
Jadvaldagi keltirilgan erituvchilar ichida eng yaxshi nur o'tkazuvchanlik xususiyatiga tozalangan suv egadir. SHuning uchun erituvchini faqat

“spektroskopiya” uchun foydalanish ko'rsatkichi berilgan bo'lishi kerak, aks holda avval tozalab so'ngra foydalanishni talab etiladi.

SHuning uchun YUSSX uskunalarda refraktometrli detektorlardan ham foydalaniladi. Unda ham elyuant orqali chikayotgan moddaning xususiyatlarini aniqlashga erishiladi. Bu turdagi detektorlar o'zining universalligi bilan 2 chi (UB detektordan) so'ng ahamiyatlidir. SHu bilan bir katordav bu detektor yordamida har kandy erituvchi yordamida o'ta tozalikni talab etmaydigan hamda 150⁰S gacha jarayonda amalga oshirish mumkin. Bu esa ayniksa sintetik polimerlarni tahlilida ko'llashga ahamiyatlidir.

YUSSX usulni amalga oshirishda qo'llaniladigan erituvchilar sistemasiga quyidagi talablar qo'yiladi:

- 6) xromatografik ajratish haroratida moddani to'liq erita olishi;
- 7) qo'llaniladigan kalonkani aktivlik xususiyatiga ta'sir etmaslik;
- 8) qo'zg'almas fazaning adsorbsiya jarayoniga ta'sir etmaslik;
- 9) qo'llanilayotgan detektorning sezgirligini oshirib berishda yuqori xususiyatga ega bo'lishi
- 10) Kam qovushqoqlik va zaharsiz bo'lishi kerak



22- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. YUSSX USULIDA DORI PREPARATLARINING SIFATINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1.YUSSX qurilmasi uchun tekshiriluvchi eritma namunasini tayyorlash.

2. YUSSX taxlil uchun injektorni yuvish.
3. YUSSX tekshiriluvchi eritmaning ushlanish vaqtini aniqlash
4. YUSSX taxlilda olingan natijalar asosida tekshiriluvchi eritmaga baxo berish.
5. YUSSX tahlilni yakunlash.

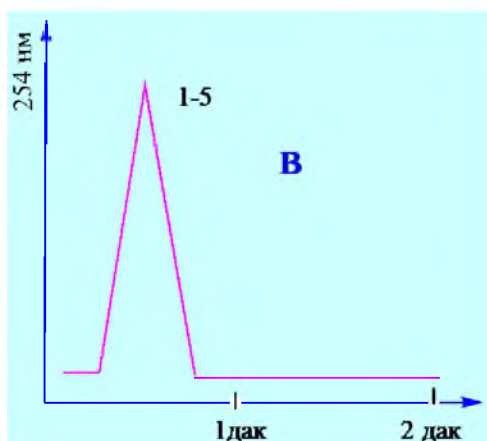
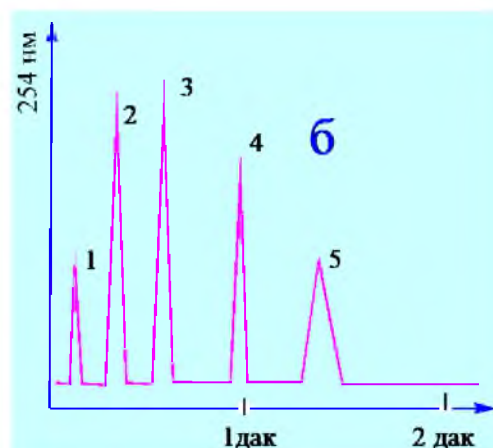
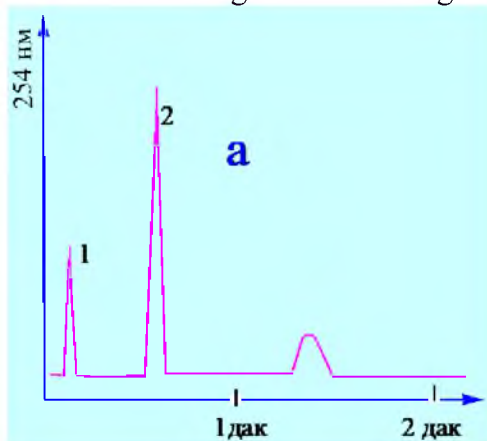
Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni YUSSX usulida dori moddalar tahlilida qo'llashga o'rgatish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga YUSSX tahlil asoslarini o'rgatish, YUSSX usulida dori vositalarini sifat tahlilini amalga oshirish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, YUSSX qurilmasi, voronka, mikroshprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallar, skotch, qog'oz.

YUSSX usulni olib borishda va moddalarni ajralish cho'qqilarni paydo bo'lishi adsorbent tartibiga suvning miqdoriga bog'liqdir. Polyarsiz organik erituvchilar tarkibidagi suvni yo'qotish uchun tarkibida oksidlar saqlagan sorbentlardan foydalaniladi. Ularga alyuminiy oksidi va silikagel kiradi. Quyidagi rasimda oligofenilenlarni xromatogrammada ajralishida adsorbent tarkibidagi suvni piklarni hosil bo'lishiga ta'siri keltirilgan.

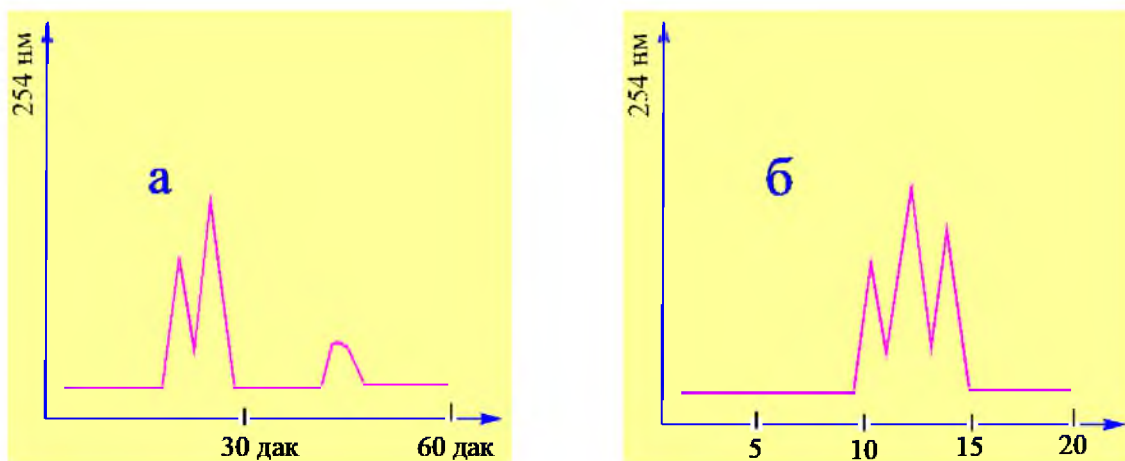


3- rasm. YUSSX usulni olib borishda va moddalarni ajralish cho'qqilarni paydo bo'lishi adsorbent tartibiga suvning miqdoriga bog'liqligi.

Elyuant: *a- n-geptan, quritilgan*
b- 100 ml geptan suv bilan to'yintirilgan,
200 ml geptan, quritilgan
v-geptan suv bilan to'yintirilgan

Bu sharoitdapiklarni ajralishida 1 qism geptanni suv bilan to'yintirilgan va 2 qism quritilgan geptan aralashmasi (b) maqsadga muvofiqdir. Agarda suvning miqdori ko'paytirilsa (v) piklarni ajralishini kuzatish qiyin bo'ladi.

Ayrim holatlarda teskari (elyuent tarkibida suv saqlasa) piklarni hosil bo'lishi va ajralishi yaxshi bo'ladi. Masalan silikagel sorbentida steroidlarni ajratishi quyidagi rasmda keltirilgan.



4- rasm. Steroidlarni ajralishi. Elyuant: xloroform 0,5% spirt bilan aralashmasi, a) xloroformni molekulyar quritgich yordamida quritilgan b) xloroform suv bilan to'yintirilgan. (kolonkani o'lchami 200 sm X 2 mm. 1-dekzametazon, 2-fluogidrokortizon, 3-gidrokartizon)

“a” ko'rinishdagi xromatogrammada tekshiriluvchi moddalarni bir biridan ajralishi noaniq, hamda cho'zilib chiqqan.

“b” ko'rinishda esa xromatografik piklar aniq cho'qqilar asosida hosil bo'lgan. Bu natijalariga asoslanib ma'lum miqdordagi suvni bo'lishi moddalarni ajralishida yaxshi natijalar beradi, lekin suvning miqdori ko'p bo'lishi noaniq piklarni hosil bo'lishiga olib kelishiga ham sabab bo'ladi.

23- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. YUSSX USULIDADORI PREPARATINING MIQDORINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

1. YUSSX qurilmasiga dori moddasi namunasini kiritish.
2. YUSSX taxlilda dori vositasining miqdoriy tahlilini amalga oshirish.
- 3.

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni YUSSX usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga YUSSX tahlil asoslarini o'rgatish, YUSSX usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, YUSSX qurilmasi, analitik tarozi, Distillyator, voronka, mikroshprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, filtr qog'oz.

Boshqa xromatografik usullarga o'xshash YUSSX usulda dori vositalarini sifatini aniqlash bilan bir qatorda miqdoriy tahlilini olib borish mumkin. Hosil bo'ladigan piklarni hajmi, yuborilgan moddaning hajmiga to'g'ri proporsionalikka bog'liqdir.

Gaz xromatografiyasiga asosan, bu usulda ham piklarni hajmini aniqlashda pikning balandligini uning o'rta kengligining yarim qiymatini ko'paytmasi bilan yoki elektron integrator yordamida aniqlash mumkin.

Miqdoriy tahlil usulini olib borish ayrim kamchiliklardan holi emas. Bular kolonkaga shprits yordamida yuborilganda namunani to'liq kolonkaga tushmasligi yoki kolonkadagi bosimni kuchligiga asoslanib shprits porshenlariga teskari ta'sir natijada ma'lum miqdorda moddalarni yo'qotilishini kuzatish mumkin. SHuning uchun miqdoriy tahlil natijalarini aniq olib borish

maqsadida ichki standart eritma bilan taqqoslab olib borishni keng yo'lga qo'yilgan. Bunda taqqoslovchi sifatida mos standart moddani tanlash kerakki, u hosil qiladigan pik aniq masofada bo'lishiga erishishga harakat qilish kerak. Ana shu standart moddanning pikiga nisbatan olib borilgan tahlil natijasida yuqorida keltirilgan xatoliklarni oldini olishga erishiladi.

YUSSX tahlilda detektorni ko'rsatkichi moddaning konsentrsiyasiga to'g'ri proporsionaldir. O'zi yozib beradigan moslama tekshiriluvchi moddani konsentrsiyasini o'zgarishini va uni hosil bo'lish vaqtini hisobga oladi.

Detektorni ko'rsatmasi har bir aniqlanuvchi moddaga alohida spektral xususiyatni olishni tavsiya etiladi.

Hosil bo'lgan spektral chizmalardagi cho'qqilarni sifatini tahlil qilishda:

5. Cho'qqilarni yuzasini yoki balandligini planimetrik usulda o'lchash.
6. Xromatogrammadagi cho'qqi chizmasi konturu bo'yicha qirqib olib, uni tortish usulida olib borish.
7. Cho'qqi chizmasi balandligini uning balandligi yarmidagi kengligiga $\mu^{1/2}$ ko'paytmasi bilan $S=h \cdot \mu^{1/2}$.
8. Balandlikni bir nechta darajalarida o'lchalgan kenglikning o'rtacha qiymatiga ko'paytirish.

$$S=h \cdot \frac{\mu \cdot 0,15 + \mu \cdot 0,85}{2}$$

5. Cho'qqi chizmasi tarafiga o'tkazilgan urunma asosida hosil bo'lgan uchburchak yuzasini aniqlash.

$$S = \frac{1}{2} \cdot h \cdot \mu$$

6. Elektron integratorlar yordamida.

Miqdoriy tahlilni olib borishda quyidagi uch usuldan keng foydalaniladi.

$$1. \text{ Ichki standartlash usuli } P_i(\%) = \frac{K_i \cdot S_i}{K_{st} \cdot S_{st}} \cdot 100$$

K_{st}, K_i – komponent va ichki standart massasiga taqsimlanish koeffitsenti.

S_i, S_{st} - mos cho'qqilar yuzasi.

R – komponentlar massasining ichki standart massasiga nisbati koeffitsenti

2. Mutloq kalibrlash usuli:

$$P_i (\%) = K_i \frac{h_i (S_i)}{g}$$

g – kontur uchun olingan miqdor(mkg)

3. Ichki tenglashtirish usuli:

$$P_i (\%) = \frac{K_i S_i (h_i) 100}{\varepsilon K_i S_i (h_i)}$$

K_i – kolibrovka koeffitsenti

$$K_i = \frac{P_i}{S_i}$$

24- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. YUSSX USULIDA DORI VOSITASI TARKIBIDAGI YOT MODDALARNI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

Mashg'ulot maqsadi:Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Gaz xromato –mass spektroskopiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GXMS tahlil asoslarini o'rgatish, GXMS usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

25- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. DORI VOSITALARINING ERUVCHANLIGI VA PARCHALANUVCHANLIGINI ANIQLASH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

Mashg'ulot maqsadi:Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Gaz xromato –mass spektroskopiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GXMS tahlil asoslarini o'rgatish, GXMS usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar:Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar,xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikroshprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz.

26- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. ELEKTROFOREZ TAXLIL USULI YORDAMIDA DORI VOSITASINI TAHLIL QILISH.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

Mashg'ulot maqsadi:Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Gaz xromato –mass spektroskopiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GXMS tahlil asoslarini o'rgatish, GXMS usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar:Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar,xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikroshprits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz.

Elektroforez - doimiy elektr maydonida moddalarni zaryad ionlar hosil qilish va xromatografik tahlil kabi bir-biridan ajralishiga asoslangan(katodlarning - katodga, anodlarning – anodga).

Elektroforezda zarrachalarning siljishiga (Forezga) elektr madon kuchlanishi, elektr zaryad quvvati, modda molekulasi o'lchami, zaryadni harakatlanish tezligi, rN muhit, harakat hamda elektroforez vaqti o'z ta'sirini ko'rsatadi.

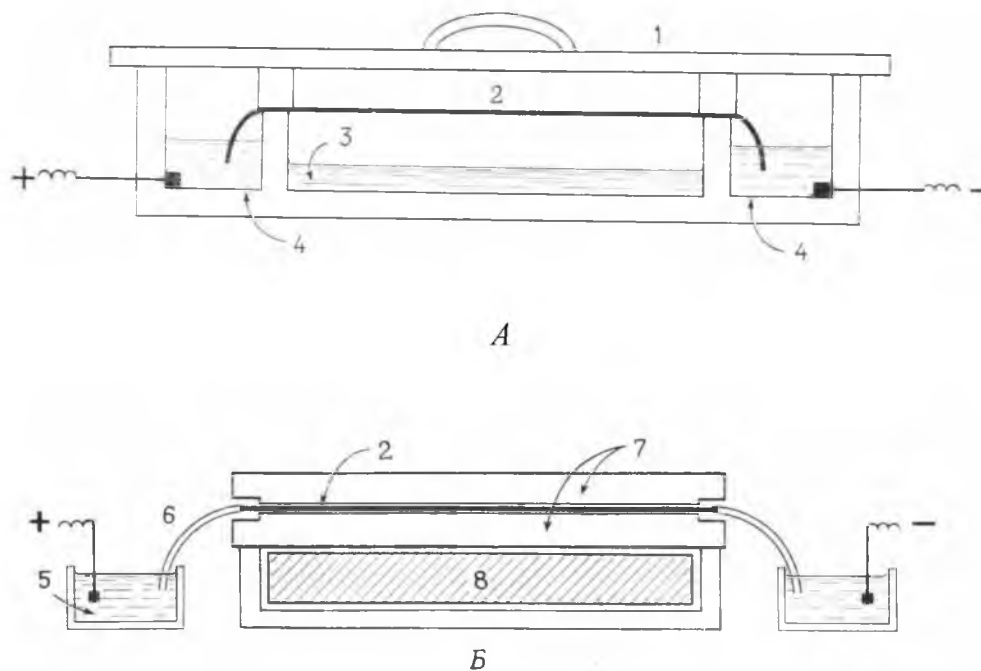
Turli xil ionlar bir-biridan o'lchamlari, zaryad kattaligi va boshqa xususiyatlariga ko'ra farqlanib, har xil harakatlanishga ega.

Elektr maydonida ionlar turli tezlikda harakatlangani uchun ularning ajralishi mumkin.

Ionlar zonolari orasidagi masofa ΔS , ularning harakatchanliklari kattaliklarning farqiga ΔU va elektr maydoni kuchlanganligining E vaqtiga t bog'liqligiga proporsional:

$$\Delta S = \Delta U E t$$

Elektroforezni quyidagicha bajariladi. Forezga elektr madon kuchlanishi, elektr zaryad quvvati, modda molekulasini o'lchami, zaryadni harakatlanish tezligi, rN muhit, harakat va vaqt o'z ta'sirini ko'rsatadi.



Ris. 4.4

Prinsipialnaya sxema ustanovki dlya nizkovoltnogo (A) i vysokovoltnogo (B) elektroforeza na bumage.

1 - kryshka; 2- poloska bumagi; 3 - voda dlya podderjaniya postoyannoy velichiny nasыщennыx parov; 4,5 - kyuvety s buferным rastvorom; 6 - tokoprovodyayuyiy fitil; 7 - oxlajdayuyuyie plastiny; 8 - zapolnenный vozduхom meshok.

Uzun xromatografik qog'oz tasmasi shisha taxtasi ustiga joylashtiriladi. Tekshiriluvchi aralashma tasma o'rtasiga tomchi xolida o'tkaziladi. Xromatografik qog'oz tasmasi suv yoki tuzli bufer eritmasi bilan shimdiriladi va qurib qolishdan saqlash uchun ikkinchi shisha taxtasi bilan yopiladi. Xromatografik tasma uchi suvli idishga tushiriladi. Idishda grafit elektrodi joylashtiriladi va 100-400 kuchlanishli doimiy elektr manbaiga ulanadi. Ma'lum vaqtdan so'ng anionlarni musbat qutbga tomon siljishi kuzatiladi. Ionlarning turli tezlikda xarakatlanishi tufayli qog'oz tasmasi bo'ylab, qayta taqsimlanishi sodir bo'ladi.

Kolloid eritmalar ajralmaydi. Xromatografik tasma reagent bilan purkab rangli birikmalar xosil qilishiga asoslanib, modda sifati aniqlaniladi. Aniqlanuvchi modda floressensiyalanish xususiyatga ega bo'lsa, shu xususiyat bo'yicha aniqlash mumkin.

27- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. TERMODESORBSION SIRT IONLASHUV TAHLIL USULINI DORI VOSITALARI TAXLILIDA QO'LLANILISHI.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Gaz xromato –mass spektroskopiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GXMS tahlil asoslarini o'rgatish, GXMS usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikrosphrits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz.

28- LABORATORIYA MASHG'ULOTI. Immunoferment analiz (IFA) usulida dori vositalarini aniqlash.

Laboratoriya mashg'ulotining rejasi

Mashg'ulot maqsadi: Laboratoriya mashg'ulotida talabalarni Gaz xromato –mass spektroskopiya usulini dori moddalar tahlilida qo'llashni o'rganish.

Laboratoriya mashg'ulotini bajarish davrida kutilayotgan natijalar:

Talabalarga GXMS tahlil asoslarini o'rgatish, GXMS usulida dori vositalarini tahlilini amalga oshirish uchun zarur shart sharoitlarni yaratish.

Laboratoriya mashg'ulotlarini o'tkazish uchun zarur asbob-uskunalar: Darslik, ma'ruza matni, o'quvqo'llanmalar, xromatografik kolonkalar, kolonka, chizg'ich, purkagich, turli ochuvchi reagentlar, voronka, mikrosphrits, probirkalar, reaktivlar, ko'rgazmalimateriallarlar, skotch, qog'oz.

III. MUSTAQIL TA'LIM MAVZULARI

№	Mustaqil ta'lim mavzulari	Dars soatlari hajmi
7-semesrt		
1	Fizik tahlil usullaridan: suyuqlanish va qotish haroratini aniqlash.	
2	Fizik tahlil usullaridan: modda zichligini va nur sindirish xususiyatlarini aniqlash.	
3	Fizik tahlil usullaridan: qutblangan nurni burilish burchagini va optik siljishini aniqlash.	
4	Fizik-kimyoviy tahlil usullaridan elektr toki va issiqlik o'tkazuvchanligini aniqlash.	
5	Fizik-kimyoviy tahlil usullaridan moddalarning qaynash va erish haroratini aniqlash.	
6	Kapillyar elektroforez usulida dori vositalari tahlili.	
7	Vizual kolorimetrik usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
8	Ekstraksion fotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
9	Differensial spektrofotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
10	Spektrofotometrik usulda spektral xarakteristikasini tuzish va unga funksional guruxlarni ta'sirini izohlash.	
11	Nefelometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
	Jami:	

8-semesrt		
1	Ionometriya, suvli eritmalarni vodorod ko'rsatkichini aniqlash, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
2	Kulonometriya.	
3	Ion xromatografiyasi. Ion xromatografini tuzilishi. Dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
4	Qadoqlanmagan dori moddalar hamda tayyor dori vositasi tarkibidagi ayrim ingrediyentlarni tekshirishga mo'ljallangan usullar.	
5	Dori moddasi hamda dori turi tarkibidagi yot aralashmalar miqdorini aniqlashga mo'ljallangan usullar.	
6	Dori moddasining yoki tayyor dori turidagi asosiy ingradientning miqdorini aniqlashda foydalanilgan usullar.	
7	Tayyor dori turining sifatini baholash uchun «Eruvchanlik», «bir holda dozalangan» kabi ko'rsatkichlarni aniqlash maqsadida foydalaniladigan usullar.	
8	Dori moddalarining rentgenstruktura tahlili.	
9	Dori vositasining tiniqligi va rangliligini aniqlash.	
10	Dori vositasining namligini aniqlash usullari.	
11	Xarakterli kimyoviy siljishlar, ularning PMR spektrlari xolati va maydoni asosida dori moddasining miqdorini aniqlash.	
	Jami:	
	JAMI:	101

Mustaqil o'zlashtiriladigan mavzular bo'yicha talabalar tomonidan internet ma'lumotlarni to'plash, bibliografik annotatsiya va taqdimotlarni tayyorlash, test savollarini va vaziyatli masalalarni tuzish tavsiya etiladi.

IV. GLOSSARIY

№	O'zbek	Rus	Ingliz
1	Instrumental tahlil usullari fizik va fizik-kimyoviy) – moddaning ulchash mumkin bulgan fizik xususiyatlari bilan ularning sifat va mikdoriy tarkibiga bog'likligiga asoslangan usullar.	Инструментальные методы анализа - физические и физико-химические) - методы, основанные на количественных физических свойствах веществ и их количественном и количественном составе.	Instrumental methods of analysis (physical and physico-chemical) - methods based on the use of dependency between the measured physical properties of substances and their qualitative and quantitative composition.
2	Kimyoviy tahlil usullari – usullarning asosiy boskichi bulib analitik reaksiya xisoblanadi, bunda analitik signalni kuzatish murakkab jarayonsiz bajariladi (sifat tahlilida bu – reaksiyaning tashki effekti)	Методы химического анализа являются основным этапом методов, то есть аналитической реакцией, где мониторинг аналитического сигнала осуществляется без сложного процесса (в анализе качества это внешний эффект реакции).	Chemical methods of analysis the main stage methods - analytical reaction, with measurement of the analytical signal is carried out without complicated operations (in the qualitative analysis - is an external effect of the reaction).
3	Fizik tahlil usullari	Методы физического	Physical methods of analysis the

	bunda asosiy boskich bu – analitik signalni ulchash va uni tahlil qilish	анализа являются основным шагом - для измерения и анализа аналитического сигнала	main stage - analytical signal measurement and its interpretation.
4	Fizik-kimyoviy tahlil usullari analitik signalni reaksiya mobaynida yoki analitik reaksiyani utkazgandan sung kulaniladi.	Методы физико-химического анализа используются во время реакции аналитического сигнала или после аналитической реакции.	Rnysico-chemical methods of analysis analytical signal used in the analysis of the reaction or after the conference.
5	Tahlil usulitahlil obyektining kimyoviy tarkibi to'g'risida axborot olishning umumiy fizikaviy prinsipi, ya'ni tekshiriluvchi obyektini va aniklanuvchi komponentni inobatga olmagan holda tarkibni aniqlash ning universal va nazariy asoslangan usuli	Аналитический метод - это общий физический принцип получения информации о химическом составе аналитического объекта, т. Е. Универсальный и теоретически проверенный метод определения содержания исследуемого объекта и его составляющей.	Methods of analysis detailed description of all operations required for the analysis of the object to the content of all or only of the component.
6	Metabolizm grekcha metabol – aylanish, o'zgarish so'zidan kelib chiqqan bo'lib, moddaning bir kimyoviy tuzilishdan boshqa kimyoviy tuzilish holatiga o'zgarishi.	Греческий метаболизм является результатом цикла, изменения метаболизма вещества от одной химической структуры к другой.	Metabolism The sum of the physical and chemical changes in living cells by which energy is provided for vital processes and growth in cell mass.
7	Metabolitlar Organizmga kirgan moddalarning o'zgarishga uchragan mahsulotlari	Метаболиты - это продукты, которые подвергаются метаболизму.	Metabolite - Any of the various organic compounds produced by metabolism.
8	Summatsiya (additivlik) kombinatsiyada ta'sir kursatishi natijasida ta'sirlarni yigilib kushilgan effekti xolati	Состояние совокупного влияния эффекта суммирования на комбинацию.	summation (additivity) the phenomenon of additive effects induced by the combined action;
9	Potensiyalanish (sinergizm) ta'sir effektining oshishi;	Усиление синергетического эффекта; Больше эффекта на	potentiation (synergy) Strengthening of effect; Effect more than the summation;

	kushma ta'sirga nisbatan kuprok effekt	совместный эффект	
10	Miqdoriy tahlil Moddaning yoki ob'ektning miqdoriy tarkibini belgilaydi. Mikdoriy tahlil jarayoni deb konsentratsiyani yoki massani aniqlash ga aytiladi.	Количественный анализ Определяет количественное содержание вещества или объекта. Количественный анализ - это определение концентрации или массы.	Quantitative analysis sets quantitative composition of the substance or object is called analiza. Protseduroy quantitative analysis to determine the concentration or mass.
11	Elektrofarez – zaryadlangan zarrachalarni tashqi elektr maydonida harakatlanishiga asoslangan taxlil usuli.	Электрофорез - метод анализа, основанный на движении заряженных частиц во внешнем электрическом поле.	Electrophoresis - a method of analysis based on the movement of charged particles in the external electric field.
12	Tahlil uslubi bitta yoki bir necha komponentlarni miqdorini aniqlash da obyektning tahlili uchun kerak bulgan barcha jarayonlarni tulik yoritib berilishi	Метод анализа обеспечивает всесторонний обзор всех процессов, необходимых для анализа объекта при количественной оценке одного или нескольких компонентов.	The method of analysis the general physical principle of obtaining information about the chemical composition analysis of the object, ie, universal and theoretically sound method of determining the composition irrespective of the defined component, and (usually) to the analyzed object.
13	Tahlilining aniqliligi, ishonchliligi, xaqiqiyiligi (tahlil natijalarining tizimli xatoligi nolg a intiladi) va ularning qaytaruvchanligi tahlil natijalarining bir-biriga yaqinligini ko'rsatadi.	Точность, достоверность и достоверность анализа (систематическая погрешность результатов анализа равна нулю), а их повторяемость свидетельствует о сходстве результатов.	Accuracy, reliability and accuracy of the analysis results - (systematic error analysis of the results tends to zero) and reproducibility, which shows the degree of closeness to each other the results of individual measurements in the analysis of the sample material;
15	Sezgirlik usulning kam miqdordagi moddalarga qo'llanilishini ko'rsatadi.	Чувствительность указывает на использование небольших количеств метода.	Sensitivity the applicability of the methodology to determine the lowest concentration component.
16	Xususiylik bu usulning xarakteristikasi bo'lib, boshqa komponentlarning xalaqit beruvchi ta'sirini aniqlaydi	Характеристика является характеристикой этого метода, который определяет мешающее влияние других компонентов	Selectivity (selectivity) methodology - a characteristic analysis method that determines the effect of interfering extraneous components of the sample; Express - characterizes the time of the analysis and results.
17	Tahlilga tayyorlash obyektning tahlilini	Подготовка к анализу Общее количество	Sample preparation a set of actions on the object of analysis (grinding,

	amalga oshirishda jarayonlarning yig'indisi (maydalash, gomogenlash, ekstraksiya, gidroliz, cho'ktirish va b.) namunani davomiy tahlilga makbul shaklga keltirish maqsadida (quruq qoldiq, eritma va b.), moddaning holati (asos, tuz ko'rinishida, kon'yugatlarni gidroliz mahsulotlari), hamda konsentrlash yoki suyultirish, xalaqit beruvchi komponentlarni yo'qotish.	процессов (дробление, гомогенизация, экстракция, гидролиз, осаждение и т. Д.) При анализе объекта с целью составления образца для продолжения анализа (сухой остаток, раствор и т. Д.), Состояние вещества (основание, соль). продукты гидролиза), а также концентрирование или разбавление, устранение мешающих компонентов.	homogenization, extraction, hydrolysis, precipitation, etc.) To convert the sample into a suitable subsequent analysis form (dry residue, solution and so forth.). The state of a substance (base, salt form, hydrolysis conjugates, etc.), as well as the concentration or dilution, removal of interfering components analysis.
18	Xromatografiya bu qo'zg'oluvchi va qo'zg'almas fazadagi moddalarning adsorbsiya va desorbsiya xodisalariga asoslangan jarayon	Хроматография - это процесс, основанный на событиях адсорбции и десорбции как возбужденной, так и неподвижной фаз.	Chromatography process based on multiple repetition of acts of sorption and desorption of substances while moving it in the mobile phase flow along the fixed sorbent.
19	Qog'oz xromatografiyasi maxsus qog'ozlarda moddalarning taqsimlanish jarayoni	Бумажная хроматография - это процесс распределения веществ на специальной бумаге.	Paper chromatography separation of substances is carried out on the special paper.
20	Yupqa qatlam xromatografiya - moddalarning yupqa qatlam sorbent yuzasida ajralishi	Тонкослойная хроматография - разделение вещества на поверхности сорбента тонких пленок	TLC separation of substances is carried out in a thin layer of sorbent
21	Gaz-suyuqlik xromatografiyasi (GSX) eng zamonaviy ko'pkomponentli tahlillar uchun mo'ljallangan. (qo'zg'almas faza-suyuqlik va	Газожидкостная хроматография (ГЖХ) предназначена для большинства современных многокомпонентных анализов. (фиксированная фаза - жидкость и подвижная фаза - жидкость, абсорбированная на	Gas-liquid chromatography (GLC) one of the most modern methods of multi-component analysis. (Stationary phase - the liquid applied to the solid support). The separation process is based on differences in volatility, solubility (or adsorption) of components.

	qo'zg'oluvchi faza — qattiq faza yuzasiga shimdirilgan suyuqlik). Moddalarning ajralishi turli uchuvchan va eruvchanlik xususiyatlariga asoslangan jarayon	поверхности твердой фазы). Разделение вещества - это процесс, основанный на различных летучих и растворимых свойствах.	
22	Yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasi (YUSSX) yuqori bosimdagi va tezkor suyuqlik xromatografiyasi, ajralish mexanizmining qanday bo'lishidan qat'iy nazar qo'zg'oluvchi faza - suyuqlik.	Высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ) представляет собой жидкость с высоким давлением и быстрой жидкостной хроматографией, независимо от механизма разделения.	High Performance Liquid Chromatography (HPLC) high pressure liquid chromatography, high speed liquid chromatography, regardless of the separation mechanism in the HPLC mobile phase - liquid.
23	Plastinka bu oyna (folga yoki poliefir plyonka) yuzasiga sorbent yopishtiriladigan moslama.	Пластина представляет собой сорбентный клей, прикрепленный к поверхности окна (фольга или полиэфирная пленка).	Plates for the sorbent substrate typically made of glass, aluminum foil or polyester film.
24	Kolonka modda komponentlarini ajratish uchun o'zida xromatografik sorbent saqlaydi	Колонка содержит хроматографический сорбент для разделения компонентов	Column includes chromatographic sorbent which performs the function separation into individual components of the mixture.
25	Eluent qo'zg'oluvchi faza (erituvchi yoki erituvchilar aralashmasi): gaz, suyuqlik.	Вакуумная жидкость (растворитель или смесь растворителей): газ и жидкость.	Eluent mobile phase (solvent or solvent mixture): gas, liquid, or (rarely) a supercritical fluid.
27	Qo'zgalmas faza Qattiq sorbent yoki sorbent yuzasiga shimdirilgan suyuqlik	Устойчивая фаза Жидкость, погруженная в твердый сорбент или поверхность сорбента	The stationary phase solid phase or fluid, connected to an inert carrier in adsorption chromatography - sorbent.
28	Xromatogramma vaqt birligida modda komponentlarini ajralishga bog'liqligini qayd etish natijasi.	Результат записи зависимости хроматogramмы от разделения компонентов вещества во времени.	Chromatogram registering result depending on the concentration of the components of the output of the time column.
29	Detektor kolonkadan	Детектор представляет	Detector a device for recording

	chiqayotgan moddalarning signallarini qayd qiluvchi qurilma	с собой устройство, которое записывает сигналы с выхода динамика	the concentration of components of the mixture at the outlet of the column.
30	Xromatograf xromatografiyani bajarish uchun mo'ljallangan asbob	Хроматограф Инструмент для проведения хроматографии	Chromatography the device for chromatography.
31	R _f ko'rsatkichi dog'ning ko'tarilish ko'rsatkichi bo'lib, plastinkaning o'lchamiga, ajralish vaqtiga va konsentratsiyasiga bog'liq emas.	R _f - скорость окрашивания, не зависящая от размера пластины, времени разделения и концентрации.	Spots R _f value recovery is not dependent on the size of the plate, and time division (at a sufficiently small sample weight) of the component concentration in the sample and the presence of other components, that is a characteristic identification.
32	Ultrabinafsha spektr uskopiya - (UB spektroskopiya) - moddalarning ultrabinafsha nurida yutilishini ko'rsatadi. Ultrabinafsha mintaqada nurlanish, yutish va aks ettirish spektrlarini ta'minlash, tadqiq qilish va qo'llash, ya'ni. e. to'lqin uzunligi 10-400 nm.	Ультрафиолетовая спектроскопия - (UV Spectroscopy) - показывает поглощение веществ в ультрафиолетовом свете. обеспечение, исследование и применение спектров излучения, поглощения и отражения в ультрафиолетовой области, т.е. е. в диапазоне длин волн 10-400 нм.	Ultraviolet spectroscopy (UV spectroscopy), (UV spectroscopy), Optically section. spectroscopy, comprising: providing, research and application of emission spectra, absorption and reflection in the ultraviolet region, i.e. e. in the wavelength range of 10-400 nm.
33	Fotometrik tahlil Bunda rangli moddalar yoki mos reagent bilan xosil qilgan rangli mahsulotlarining infraqizil va ultrabinafsha nurida yutilishini ko'rsatadi	Фотометрический анализ показывает поглощение цветных продуктов окрашенными веществами или соответствующим реагентом в инфракрасном и ультрафиолетовом свете.	Photometric analysis (FA) a set of methods mol.-absorption spectral analysis based on избират. electromagnetic absorption. radiation in the visible, infrared and ultraviolet regions, or a component molekulamiopredelyaemogo comp. with a suitable reagent.
34	Optik zichlik moddaning 1 sm qatlam qalinligida (kyuvetada) nur yutish ko'rsatkichi	Индикатор поглощения оптической плотности в слое толщиной 1 см (куб.) Вещества	Optical density a measure of the opacity of the layer of thickness l for the light rays; It characterizes the attenuation of optical radiation in the layers of different materials.

V. ILOVALAR

**ЎЗБЕКИСТОН RESPUBLIKASI
OLIV VA O'RTA MASSIS TAJIMIVAZIRLIGI**

His qayg'alarid:
s. 66 - 4 04
2018 - 11.01



**DORIVOSTLARI INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI
TAN DASTURI**

Belim uchun: 510 (00) - Soq. tuzat. saqlash va qaytarish ta'limi
Ta'lim uchun: 510 (00) - Soq. tuzat. saqlash
Ta'lim yo'nalishi: 5510 (00) - Farmatsiya (tutlar) fan yoshi.
510 (00) - Metrologiya standartlaridashish va standart solati muvazirlik (shar
vostlari)

Toshkent 2018

O'zbekiston Respublikasi Oliy va o'rta maxsus ta'limi vazirligining 2018 yil 25.08. dagi 244-sonli buyrug'ining 6- ilovasi bilan fan dasturi ro'yxati tasdiqlangan

Fan dasturi Oliy va o'rta maxsus kasb-hunar ta'limi o'quv-metodik birlashmalari faoliyatini muvofiqlashtiruvchi kengashning 2018 yil «18» 08. dagi 4-son majlis bayoni bilan ma'qullangan

Fan dasturi Toshkent farmatsevtika institutida ishlab chiqildi

Tuzuvchilar:

Tuzuvchilar:

Jahlov F.S.	Dori vositalarini standartlashtirish va sifat menejmenti kafedrası mudiri I.f.n. dotsent
M.B. Mavlyanova	Dori vositalarini standartlashtirish va sifat menejmenti kafedrası dotsenti I.f.n.
Ramazonova K.R.	Dori vositalarini standartlashtirish va sifat menejmenti kafedrası assistenti

Taqrızchilar:

U.M. Azizov	A.Sultonov nomidagi O'zbek kimyo-farmatsevtika ilmiy tadqiqot instituti rahbari muovini
X.Q. Olimov	Farmatsevtik kimyo kafedrası mudiri I.f.n. dotsent

Fan dasturi Toshkent farmatsevtika institutining Ilmiy Kengashida tavsiya qilingan (2018 yil 3.7. dagi 47-sonli bayonnoma)

I. O'quv fanining dolzarbligi va oliy kasbiy ta'limdagi o'rni

O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017 yil 20 apreldagi PQ-2909 sonli "Oliy ta'lim tizimini yanada rivojlantirish chora-tadbirlari to'g'risida"gi, 2017 yil 5 maydagi PQ-2956-sonli "O'zbekiston Respublikasida tibbiy ta'lim tizimini yanada isloh qilish chora-tadbirlari to'g'risida"gi, 2017 yil 27 iyuldagi PQ-3151-sonli "Oliy ma'lumotli mutaxassislar tayyorlash sifatini oshirishda iqtisodiyot sohalari va tarmoqlarining ishtirokini yanada kengaytirish chora-tadbirlari to'g'risida"gi, 2018 yil 5 iyundagi PQ-3775 sonli "Oliy ta'lim muassasalarida ta'lim sifatini oshirish va ularning mamalakatda amalga oshirilayotgan keng qamrovli islohatlarda faol ishtirokini ta'minlash chora-tadbirlari to'g'risida"gi, PQ-4310 "Tibbiyot va farmatsevtika ta'limi va ilm-fani tizimini yanada rivojlantirish chora-tadbirlari to'g'risida"gi qarorlarini ijrosini ta'minlash maqsadida, yuqori darajada ma'naviy va ahloqiy sifatlarga ega bo'lgan malakali kadrlarni tayyorlash ilmiy asoslangan, xalq manfaatlariga javob beruvchi dasturni ishlab chiqishni taqozo etmoqda.

Instrumental tahlil usullari fani yuqori malakali dorishunos-mutaxassislarni tayyorlashda yetakchi fanlardan biri bo'lib, u dori moddalarini fizikaviy va kimyoviy xossalarini, instrumental tahlil usullarda ishlatiladigan asbob-uskunalarining tuzulishi, ishlash prinsiplari, tahlil uchun namunalar tayyorlash bosqichlari tahlil jarayoni bosqichlari, chinlik va miqdoriy tahlillar, namunalar tozligini tekshirish sharoitlarini o'rgatadi. Yosh mutaxassis, farmatsiyaning qaysi sohasida ishlashidan qat'iy nazar, u albatta dori vositalarining fizikaviy va kimyoviy xossalarini mukammal bilgan holda, ularning sifat taminlashda albatta instrumental tahlil usullarini bilishi lozim.

II. O'quv fanining maqsadi va vazifasi

Instrumental tahlil usullaridan o'qitishdan **maqsad**- talabalarni dori vositalarini tahlil qilishda foydalaniladigan zamonaviy asbob uskunalaridan foydalanish ko'nikmalarini hosil qilish. Hozirgi davrda kimyoviy moddalarni shu jumladan dorivor moddalarni kimyoviy tarkiblarini va ularni ichidagi aralashmalarni aniqlashda kimyoviy hamda fizik usullardan foydalaniladi. Kimyoviy usullar asosan modda tarkibini kimyoviy reaksiyalar yordamida, fizik usullar moddalarni fizik xossalarini, fizik-kimyoviy usullar esa ularni bir vaqtini o'zida ham kimyoviy ham fizik xususiyatlari asosida tahlilini amalga oshirishga asoslangan. Yuqorida ko'rsatilgan usullarni hammasi ham tekshiriluvchi moddani biror bir xususiyatini aniqlashga asoslangan. Har bir tekshiriluvchi modda o'zining struktura tuzilishi jihatidan fizik-kimyoviy xususiyatlari bilan boshqa birikmalardan tubdan farq qiladi, ya'ni u o'ziga xos xususiyatlarga ega bo'ladi. Masalan moddalarning nur o'tkazish xususiyati, nur yutishi, har bir moddani tarkibiga, uning tuzilishiga bog'liqdir. Moddalarning turli erituvchilarda erishi, ularni kristall holatdagi kristallarni formasi, ularni nur sindirish ko'rsatkichi, elektr o'tkazuvchanligi, qutblangan nurni burish burchagi va shu kabi parametrlari bilan o'ziga xos xarakterga ega. Noma'lum moddani biror bir xususiyatini o'rganib, uni ma'lum modda (standart) asosida solishtirib aniqlash mumkin bo'ladi. Buning uchun moddani sifatini kimyoviy aniqlashda bir nechta analitik reaksiyalar asosida xulosa qilish mumkin bo'ladi. Hozirgi vaqtda moddalarni ayrim xususiyatlari ularni aralashmalar orasida individual holatda ham aniqlashga imkon beradi. Masalan: xinin eritmasining H_2SO_4 kislotali sharoitda fluoressensiyalanishi.

Fanni vazifasi: - talabalarga o'rgatiladigan fizik-kimyoviy tahlil usullari farmatsiyaning yangi muvaffaqiyatlarini ko'zda tutadi. Bu tahlil usullari, mashg'ulotlar davomida dori sifatini aniqlashda talabalarning laboratoriya uskunalarini bilan ishlash ko'nikmasini oshirish va farmatsiya fanlariga qiziqishini kuchaytirish, unga nisbatan qiziqish uyg'otish, dori vositalar tahlil qilishda, yuqori javobgarlik xissini shakllantirish, shuningdek jonkuyarlik ruxida tarbiyalash. Bularning hammasi bitiruvchi mutaxassislarni bilim olishida katta ahamiyatga ega. Dori vositalari sifatini aniqlashda fizik-kimyoviy tahlil usullari olib boriladigan darslari orqali talabalarning dunyo qarashini zamonaviy shakllantirish va mutaxassislikka tegishli boshqa fanlarni yanada chuqurroq o'zlashtirishga, hamda tahlil usullarini o'rganishga yordam beradi.

Fan bo'yicha talabalarning bilim, ko'nikma va malakalariga quyidagi talablar qo'yiladi.

Talaba:

- Instrumental tahlil usullarining mohiyati;
- Dori vositalar tahlilining xromatografik usullarini mohiyati;

- xromatografiya nazariy va amaliy asoslari va klassifikatsiyasi;
- zamonaviy yuqori samarador suyuqlik xromatografiyasi;
- ion almashinish xromatografiyasini farmatsevtik tadqiqotlarda qo'llash;
- gaz va gaz-suyuqlik xromatografiyasi;
- Gel xromatografiya; yuqori va quyi molekulali moddalarni ajratish texnologiyasi haqida **tasavvurga ega bo'lishi**;
- yuqori samarali suyuqlik xromatografiyasida (YuSSX) qo'llaniladigan detektorlar, biosensorlar, kolonkalar, elyuantlar haqida bilish;
- Dori vositalar tahlilining optik usullarini mohiyati;
- Dori vositalar tahlilining spektroskopik usullari;
- mass-spektrometriya; ultrabinafsha va infraqizil spektroskopiya;
- yadro magnit rezonans va proton magnit rezonans spektrometriyasi;
- immunoferment tahlil (IFT) asosida tahlil qilish usulining mohiyati, qo'llanilishi; haqida **bilishi va ulardan foydalana olishi**;
- Yuqori samarador suyuqlik xromatografiyasi usulida biofaol moddalar aralashmasining tarkibini aniqlash;
- ion-almashinish xromatografiyasi uchun ionitlarni tayyorlash;
- ion-almashinish xromatografiyasi usuli yordamida dori moddalarni ajratish;
- gaz xromatografiyasi usulida dorivor moddalar tarkibini miqdoriy hisoblash;
- ultrabinafsha va infraqizil-spektroskopiya usullari yordamida dorivor moddalarning funksional guruhlarini aniqlash;
- fizik-kimyoviy usullarda farmatsevtik mahsulotning tahlilini amalga oshirish;
- spektrofotometr yordamida biologik faol moddalarning chinligini, miqdorini tarkibidagi yot moddalarni aniqlash **bo'yicha amaliy ko'nikmalariga ega bo'lishi kerak.**

III. Asosiy nazariy qism (ma'ruza mashg'ulotlari)

1-mavzu. Instrumental tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar va ularning tasniflanishi.

Dori moddasining qotish, suyuqlanish, qaynash haroratini va zichligini aniqlash. Titrometriya. Dori moddalarining fizik konstantalarini aniqlash orqali ularning tahlilini olib borish. Umumiy farmakopeyaviy usullar yordamida dori moddalarining qaynash, qotish va suyuqlanish haroratini aniqlash. Dori moddalarining zichligini aniqlash usullari. Titrometriya.

2-mavzu. Elektrokimyoviy tahlil usullari. Potensiometriya va konduktometriya nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash

Elektrokimyoviy tahlil usullari. Potensiometrik va Konduktometrik tahlil usullari. A) nazariy asoslari b) elektrodlar v) potensiometrik titrlash. g) potensiometrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

3-mavzu. Optik usullarning dori vositalari tahlilida qo'llanilishi. Dori vositasini mikroskopik usulda tahlil qilish. Polyarimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish

Optik usullarning dori vositalarini tahlil qilishdagi ahamiyati va tasniflanishi. Dori modda zarrachalarini mikroskopik usulda tahlilining ahamiyati. Polyarimetrik usulda optik faol dori moddasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.

4-mavzu. Optik usullarning dori vositalari tahlilida qo'llanilishi. Refraktometrik usulda dori vositasini chinlik va miqdorini aniqlash

Optik usullarning dori vositalarini tahlil qilishdagi ahamiyati va tasniflanishi. Dori modda zarrachalarini mikroskopik usulda tahlilining ahamiyati. Polyarimetrik usulda optik faol dori moddasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash. Refraktometrik usulda dori moddasining nur sindirish ko'rsatkichini aniqlash.

5-mavzu. Fotometriya, nazariy asoslari, kolorimetriya va fotokolorimetriya. Fotometriya qonunlari

Nur yutulishni xarakterlovchi asosiy kattaliklar. Nur yutishning asosiy qonunlari. Nur yutish spektrlari. To'liq uzunlik va svetofiltrlarni tanlash. Fotokolorimetrik usulda dori vositasining chinlik va miqdorini aniqlash. Fotokolorimetrik usulda ishlatiladigan asboblari.

6-mavzu. Spektrofotometriya. Spektrofotometrik usulda qo'llaniladigan spektrofotometrlar va kyuvetalar haqida ma'lumot. Nur yutish spektri haqida ma'lumot

Spektrofotometrik usulning dori moddalarini tahlil qilishdagi ahamiyati. Spektrofotometrlar va kyuvetalar haqida ma'lumot. Nur yutish spektri haqida ma'lumot. Rangli va rangsiz eritmalar chiniqligini spektrofotometrik usulda aniqlash. UB-spektrofotometrik usulda ishlatiladigan asboblari.

7-mavzu. UB-spektrofotometrik usulda dori vositalari chiniqligini va miqdorini tahlil qilish asoslari

Rangsiz eritmalar konsentratsiyasini UB-spektrofotometrik usulda aniqlash. Solishtirish usuli. Kolibrovkali grafik usuli. Qo'shib aniqlash usuli. Nur yutilishi bilan bog'liq xatoliklar.

8-mavzu. Nefelometriya va turbidimetriya, nazariy asoslari va dori vositalar tahlilida qo'llash
Nefelometrik, turbidimetrik tahlil usullari. A) nazariy asoslari B) sifat tahlili
V) Miqdor tahlili. Nefelometriya va turbidimetriya tahlillarida ishlatiladigan asboblari.

9-mavzu. Infra-qizil spektral tahlil, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash
IQ-spektroskopiyasining nazariy asoslari. IQ-Spektrlarning tuzilishi va spektrlar olish sharoitlari. Ayrim funksional guruhlar spektrlari xarakteristikasi. IQ spektral tahlililarini dori moddalar miqdorini aniqlash uchun qo'llash. Infra-qizil spektral tahlilda ishlatiladigan asboblari.

10-mavzu. Raman spektroskopiyasi tahlil usuli, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash
Raman-spektroskopiyasining nazariy asoslari. Raman spektral tahlililarini dori moddalar chiniqligi va miqdorini aniqlash uchun qo'llash. Raman- spektroskopiyasida ishlatiladigan asboblari.

11-mavzu. Mass spektral tahlil. Nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash
Mass-spektroskopiyasining nazariy asoslari va yaratilish tarixi. Mass spektrometrning tuzilishi va spektrlar olish tarixi. Moddalarni mass-spektrlarini interpretatsiya qilish usullari. Mass-spektroskopiyasining nazariyasoslari va yaratilish tarixi. Mass-spektroskopiyasida ishlatiladigan asboblari.

12-mavzu. Flyurometrik usul, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash
Flyurometrik usul, nazariy asoslari. Flyuoressensiya va fosforessensiya. Dori vositalarning konsentratsiyasi bilan flyuoressensiya intensivligi bilan bog'lanish. Flyuoressensiyani o'lchidigan asboblari. Dori vositalarini tahlil amaliyotida flyuoressensiyani qo'llash

13-mavzu. Yadromagnitrezonansi (YaMR) spektroskopiyasining nazariy asoslari va usulni dori moddalar tahlilida qo'llanilishi
Yadro magnit rezonansi (YaMR) spektroskopiyasining nazariy asoslari, Yadrolarning magnit xossalari va yadro rezonansi asoslari. Signallar holatlari, kimyoviy siljish, signallar soni, signallar intensivligi. Spin-spin birligi va signallarni o'lchashi. YaMR spektroskopiyasida ishlatiladigan asboblari.

14-mavzu. Atom absorbsion spektroskopiya usulini nazariy asoslari
Alang afotometriyasi. A) Qisqach ateoretik ma'lumotlar va umumiy xarakteristikasi, birikmalarning atom absorbsionspektroskopiya, usulning sezgirliigi, miqdoriy tahlil, nur intensivligini o'lchash.

Emission spektroskopiya, usulning tartibi, aniqligi va sezgirliigi, qo'llanilishi, nu rintensivliginio 'lchash. Atom absorbsion spektroskopiyasida ishlatiladigan asboblari.

15-mavzu:Xromatografik tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar. Xromatografiyaning rivojlanish tarixi va sinflanishi

Fizik-kimyoviy (instrumental) tahlilusullari, usullarni kimyoviy moddalarning tahlilida qo'llanilish asosi. Fizik-kimyoviy (instrumental) tahlil usullarini dori turlari tahlilida qo'llanilishi, bu usullarni dori turlari tahlilida qo'llanilishdagi o'ziga xosligi. Fizik-kimyoviy usullarni sezgirlik va aniqlik darajalarini o'rganish.Xromatografiyaning rivojlanish tarixi va dunyo olimlarining xromatografiyaning rivojlanishga qo'shgan xissalari.

16-mavzu. Moddalarni xromatografik usulda ajralishining fizik-kimyoviy xossalari. Qog'oz xromatografik tahlil usuli va uning variantlari

Tekshiriluvchi modda bilan sorbent va qo'zg'aluvchan faza o'rtasida sodir bo'ladigan ta'sir kuchlari, o'zaro ionli kuchlar, koordinatsion kuchlar, dipol ta'siri, vodorod bog'lanish, xelat komplekslarini hosil bo'lishi, dispers kuchlar.

Xromatografiya jarayonini, sorbentlarni va erituvchilar sistemasini tanlash. Qog'oz xromatografik tahlil variantlari. Qog'oz xromatografiyasi ajratish xromatografiyasining bir bo'lagi.Qog'oz xromatografiyasining qo'zg'almas faza va unga qo'yilgan talablar.

17-mavzu. Xromatografik sorbentlar, ularning xarakteristikasi. Sorbsiya prosessining nazariy asoslari

Yutuvchi sorbentlar. Aktivlangan ko'mir, silikagel, alyuminiy oksid, seolitlar, xemosorbentlar, ion almashinuvchi sorbentlar, sorbsiya prosesining nazariy asoslari.

18-mavzu.Yupqa qatlam xromatografiyasi, uning uslubiy asoslari.

Yupqa qatlam xromatografiyasi va unga qo'yilgan talablar. Sorbentlar, Mustahkamlangan va mustahkamlanmagan, yopishtirilgan va yopishtirilmagan sorbentli plastinkalar. Sorbentlarni aktivlik darajasini aniqlash. Yupqa qatlamli plastinkalarni tayyorlash va tekshiriluvchi moddalar namunalarni plastinkalarga o'tkazish. Xromatogrammani bajarish, xromatogrammadagi mddalarni yoyilgan joylarini aniqlash.

19-mavzu. Gel xromatografiyasi, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi

Gel xromatografiyasi va uni boshqa xromatografiya usullardan farqi va nazariy asoslari. Gel hamda erituvchilarni tanlash. Gel xromatografiyasini qo'llash.

20-mavzu. Gaz xromatografiyasi. Usulning nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida yuqori effektiv usul

Gaz xromatografiyasining rivojlanish tarixi. Gaz xromatografiyasining asosiy tamoyillari, nazariy asoslari.Gaz suyuqlik xromatografiyasining qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas suyuq fazalari.Gaz xromatografiyasida ishlatiladigan kolonkalar va detektorlarning turlari.

21-mavzu.Gaz xromatografik usulda dori vositalari chinligini va miqdoriy tahlil qilish asoslari

Gaz xromatografiyasida sifat va miqdor tahlil usullari. Sifat tahlili, xromatografik pik yuzasini aniqlash, miqdor tahlili, ichki standartlash usuli, obsolyutkoliblash usuli, ichki normalizatsiya usuli.

22-mavzu.Gaz xromato - mass spektroskopik usulda dori vositalari chinlik va miqdoriy tahlil qilish asoslari

Gaz xromato mass usulidadori vositalarining sifat va miqdor tahlil usullari. Sifat tahlili, xromatografik pik yuzasini aniqlash, miqdor tahlili.

23-mavzu. Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulini dori vositalar tahlilida qo'llash.
Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilishi, xromatografik kolonka turlari va elyuant tanlash

Yuqorisamaralisuyuqlikxromatografikusulniasosiyprinsiplar. Yuqorisamaralisuyuqlikxromatografikusulninizariyasoslari.

Yuqorisamaralisuyuqlikxromatografikusuldaqo'llaniladiganqo'zg'almasvaqo'zg'aluvchanfazalar hamda kolonkalar haqida ma'lumot.

24-mavzu. Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulini dori vositalar tahlilida qo'llash.
Dori vositalarining chinlik va miqdorini va yot moddalarni YUSSX usulida tahlil qilish
DorivositalariniYuqorisamaralisuyuqlikxromatografikusuldasifathtahlilvamiqdoriyhtahlili.

25-mavzu. Qattiq dorishakllarining eruvchanligi va parchalanuvchanligini aniqlash
Qattiq dori shakllarining eruvchanligi va parchalanuvchanligini farmakopeyaviy usullar asosida instrumental aniqlash.

26-mavzu. Elektroforez va kapilyar elektroforez tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llash
Elektroforez va kapilyar elektroforez tahlil usullari. A) nazariy asoslari b) Elektroforez va kapilyar elektroforez qurilmalarini tuzilishi v) Elektroforez va kapilyar elektroforezqurilmalarini ishlash prinsipi va tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

27-mavzu. Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopiya usulini dori vositalar tahlilida qo'llash
Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopiya usulni nazariy asoslari. Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopiya usulida tahlil sharoitlarini tanlash. Sifat tahlil usullari. Miqdoriy tahlil usullari.

28-mavzu. Immunoferment tahlil usullari
Imunoferment tahlil usullari. Ularning biotexnologik dori vositalarini tahlil qilishda qo'llanishi, tahlil usullari.

IV. Amaliy mashg'ulotlari bo'yicha ko'rsatma va tavsiyalar
Fan bo'yicha amaliy mashg'ulotlar namunaviy o'quv rejada ko'zda tutilmagan

- Laboratoriya mashg'ulotlari bo'yicha ko'rsatma va tavsiyalar**
Laboratoriya mashg'ulotlar uchun quyidagi mavzular tavsiya etiladi:
1. Instrumental tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari. Dori vositasining qaynash va suyuqlanish haroratini aniqlash.
 2. Dori moddalarining qovushqoqligi, zichligi va nalgini aniqlash aniqlash.
 3. Potensiometrik usulda dori vositasini tahlilini amalga oshirish.
 4. Konduktometriya usulida dori vositasini tahlil qilish.
 5. Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.
 6. Polyarimetrik usulda dori vositasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.
 7. Dori vositasining zarrachalar shaklini mikroskopik tahlil qilish.
 8. Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish. Svetofiltr tanlash.
 9. Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini miqdoriy tahlil qilish
 10. UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini aniqlash.
 11. UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash
 12. Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish.
 13. Yadro magnit rezonans usulida dori vositalarini tahlil qilish.
 14. Flyuorimetrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
 15. Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil qilish

16. Yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyati YuQX usuli uchun plastinka tayyorlash.
17. YuQX usulida dori preparatlarining tahlili.
18. Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositalarini tayyorlash va chinligini aniqlash
19. Gaz xromatografiya tahlil usulida dori vositalarini miqdorini aniqlash
20. Gaz xromato - mass spektroskopik usulda dori vositalari chinlik va miqdoriy tahlil qilish
21. YuSSX tahlil usulini amalga oshirish uchun YuSSX qurilmasini tahlilga tayyorlash
22. YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini aniqlash.
23. YuSSX usulida dori preparatining miqdorini aniqlash.
24. YuSSX usulida dori vositasi tarkibidagi yot moddalarni aniqlash.
25. Dori vositalarini eruvchanligi va parchalanuvchanligini aniqlash.
26. Elektroforez tahlil usuli yordamida dori vositasini tahlil qilish.
27. Termodesorbsion sirt ionlashuv tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
28. Immunoferment analiz usulida dori vositalarni aniqlash.

Laboratoriya mashg'ulotlar multimedia qurilmalari bilan jixozlangan laboratoriya xonalarida akademik guruxga bir professor-o'qituvchi tomonidan o'tkazilishi lozim. Mashg'ulotlar faol va interaktiv usullar yordamida o'tilishi, mos ravishda munosib pedagogik va axborot texnologiyalar qo'llanilishi maqsadga muvofiq.

Laboratoriya mashg'ulotlarda talabalar ma'ruza mavzulari bo'yicha olgan bilim va ko'nikmalarini vaziyatli masalalar, keyslar orqali yanada boyitadilar. Shu bilan birga, darslik va o'quv qo'llanmalar asosida talabalar bilimini mustahkamlashga erishish, tarqatma materiallardan foydalanish orqali talabalar bilimini oshirish, mavzular bo'yicha taqdimotlar va boshqalar tavsiya etiladi.

Amaliy ko'nikmalar ro'yhati:

1. Instrumental tahlil usulida dori vositasining qaynash haroratini aniqlash.
2. Potensiometrik usulda dori vositasini tahlilini amalga oshirish.
3. Konduktometriya usulida dori vositasini tahlil qilish.
4. Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.
5. Polyarimetrik usulda dori vositasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.
6. Dori vositasining zarrachalar shaklini mikroskopik tahlil qilish.
7. Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish. Svetofiltr tanlash.
8. UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining tahlil qilish.
9. Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish.
10. Yadro magnit rezonans usulida dori vositalarini tahlil qilish.
11. Flyuorimetrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
12. Elektroforez tahlil usuli yordamida dori vositasini tahlil qilish.
13. Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil qilish
14. YuQX usuli uchun plastinka tayyorlash. YuQX usulida dori preparatlarining tahlili.
15. Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositalarini tayyorlash va chinligini aniqlash
16. Gaz xromato - mass spektroskopik usulda dori vositalari chinlik va miqdoriy tahlil qilish
17. YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini va miqdorini aniqlash.
18. Dori vositalarini eruvchanligi va parchalanuvchanligini aniqlash.
19. Termodesorbsion sirt ionlashuv tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
20. Immunoferment analiz usulida dori vositalarni aniqlash.

V. Mustaqil ta'lim va mustaqil ishlar

Mustaqil ta'lim uchun tavsiya etiladigan mavzular:

1. Fizik tahlil usullaridan: suyuqlanish va qotish haroratini aniqlash.
2. Fizik tahlil usullaridan: modda zichligini va nur sindirish xususiyatlarini aniqlash.
3. Fizik tahlil usullaridan: qutblangan nurni burilish burchagini va optik siljishini aniqlash.
4. Fizik-kimyoviy tahlil usullaridan elektr toki va issiqlik o'tkazuvchanligini aniqlash.
5. Fizik-kimyoviy tahlil usullaridan moddalarning qaynash va erish haroratini aniqlash.

6. Kapillyar elektroforez usulida dori vositalari tahlili.
7. Vizual kolorimetrik usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
8. Ekstraksion fotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
9. Differensial spektrofotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
10. Spektrofotometrik usulda spektral xarakteristikasini tuzish va unga funksional guruxlarni ta'sirini izohlash.
11. Nefelometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
12. Ionometriya, suvli eritmalarni vodorod ko'rsatkichini aniqlash, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
13. Kulonometriya.
14. Ion xromatografiyasi. Ion xromatografini tuzilishi. Dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
15. Qadoqlanmagan dori moddalar hamda tayyor dori vositasi tarkibidagi ayrim ingrediventlarni tekshirishga mo'ljallangan usullar.
16. Dori moddasi hamda dori turi tarkibidagi yot aralashmalar miqdorini aniqlashga mo'ljallangan usullar.
17. Dori moddasining yoki tayyor dori turidagi asosiy ingradientning miqdorini aniqlashda foydalanilgan usullar.
18. Tayyor dori turining sifatini baholash uchun «Eruvchanlik», «bir holda dozalangan» kabi ko'rsatkichlarni aniqlash maqsadida foydalaniladigan usullar.
19. Dori moddalarining rentgenstruktura tahlili.
20. Dori vositasining tiniqligi va rangliligini aniqlash.
21. Dori vositasining namligini aniqlash usullari.
22. Xarakterli kimyoviy siljishlar, ularning PMR spektrlari xolati va maydoni asosida dori moddasining miqdorini aniqlash.

Talabaning mustaqil ishi o'rganilayotgan mavzu yuzasidan kengaytirilgan ma'lumotlarni yig'ish, buning uchun axborot texnologiyalarining imkoniyatlaridan keng foydalanish, olingan ma'lumotlarni mustaqil ravishda ishlab chiqish va aniq dori vositasining sifatini nazorat qilishda qo'llay olishdan iborat bo'lib, uning turlari va shakllari turli ko'rinishda bo'lishi mumkin. Mustaqil ishga mo'ljallangan mavzular va topshiriqlar talabaning mustaqil ishini tashkil etish bo'yicha kafedrada ishlab chiqilgan va muntazam yangilanib boradigan uslubiy qo'llanmalarda keng yoritilgan.

Mustaqil ta'lim natijalari reyting tizimi asosida baholanadi. Uyga vazifalarni bajarish, qo'shimcha darslik va adabiyotlardan yangi bilimlarni mustaqil o'rganish, kerakli ma'lumotlarni izlash va ularni topish yo'llarini aniqlash, internet tarmoqlaridan foydalanib ma'lumotlar to'plash va ilmiy izlanishlar olib borish, ilmiy to'garak doirasida yoki mustaqil ravishda ilmiy manbalardan foydalanib ilmiy maqola va ma'ruzalar tayyorlash kabilar talabalarning darsda olgan bilimlarini chuqurlashtiradi, ularning mustaqil fikrlash va ijodiy qobiliyatini rivojlantiradi.

Shuningdek talabaning mustaqil ishi bo'lib:

Talaba mustaqil ishini tayyorlashda muayyan fanning xususiyatlarini hisobga olgan holda quyidagi shakllardan foydalanish tavsiya etiladi:

- Darslik va o'quv qo'llanmalar bo'yicha ma'ruzalar qismini o'zlashtirish;
- Maxsus adabiyotlar bo'yicha fanlar bo'limlari yoki mavzulari ustida ishlash;
- Yangi texnikalarni, tekshiruv asboblari, jarayonlar va texnologiyalarni o'rganish;
- Talabaning o'quv-ilmiy-tadqiqot ishlarini bajarish bilan bog'liq bo'lgan fanlar bo'limlari va mavzularni chuqur o'rganish;
- Faol va muammoli o'qitish uslubidan foydalaniladigan o'quv mashg'ulotlari;
- masofaviy (distansion) ta'lim.
- Berilgan mavzu bo'yicha axborot (referat) tayyorlash;
- Fanning bo'limlari yoki mavzulari ustida maxsus yoki ilmiy adabiyotlar (monografiyalar, maqolalar) bo'yicha ishlash va ma'ruzalar qilish;
- Vaziyatli muammolarga yo'naltirilgan vaziyatli masalalar yechish;
- Keys (real vaziyatli masalalar asosida case-study) yechish.

- Grafik organayzerlarni ishlab chiqish va to'ldirish;
- Krossvordlar tuzish va yechish;
- Prezentsiya va videoroliklar tayyorlash hamda mustaqil ish jarayonida keng qo'llash;

VI. Kurs ishini tashkil etish bo'yicha uslubiy ko'rsatmalar

Kurs loyixasini mavzulari talabalarga shaxsiy topshiriq sifatida beriladi. Kurs ishining adabiyotlar sharxi mavzu yuzasidan mavjud bo'lgan adabiy manbaalarni yig'ish, ularni tartibga solish va tajriba qismini bajarish uchun tahlil usullarini belgilab olishdan iborat. Kurs ishining tajriba qismi fan bo'yicha ishlab chiqarish amaliyotini o'tish jarayonida bajarilib, ishlab chiqarish korxonasida ximoya qilinadi. Fan bo'yicha kurs ishlarining mavzulari, uslubiy ko'rsatmalar ishlab chiqilib, bunda kurs ishlarining mavzulari, rejalari va bajarish jarayonlari to'la aks ettirilgan.

Kurs ishlarining taxminiy mavzulari:

1. Xromatografiya, uni rivojlanish tarixi. Xromatografiyani sinflanishi ning nazariy asoslari.
2. Fizik-kimyoviy tahlili usullari. Bu usullarni dori turlari chinligini aniqlashda qo'llanilishi.
3. Qog'ozdagi taqsimlanish xromatografiyasi va uni fenotiazinhosilalari tahlilida qo'llanilishi.
4. Qog'ozdagi taqsimlanish xromatografiyasi va uni vitaminlar sofligini aniqlashda qo'llanilishi.
5. Yupqa qatlamli xromatografiyaning nazariy va uslubiy asoslari. Barbiturkislota hosilalarini YuQX usulida aniqlash
6. Yupqa qatlamli xromatografiyani markaziy nerv sistemasiga ta'sir qiluvchi dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
7. Yupqa qatlamli xromatografiya usulini neyroleptik dori vositasini tahlilida qo'llash.
8. Yupqa qatlamli xromatografiyaning antidepressant dori vositasi tahlilida qo'llanilishi.
9. Yupqa qatlamli xromatografiyaning fenotiazin hosilalari tahlilida qo'llanilishi.
10. Yupqa qatlamli xromatografiyaning yurakglikozidlar tahlilida qo'llanilishi.
11. Yupqa qatlamli xromatografiyaning psixotrop dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
12. Yupqa qatlamli xromatografiyaning antibiotiklar tahlilida qo'llanilishi.
13. Elektrokimyoviy usullar. (Elektroforez). Ularni dori turlarini aniqlashda qo'llanilishi.
14. Elektrokimyoviy usullar. Potensiometrik tahlil. Dori vositalari sifatini pH-muhiti asosida tahlil qilish.
15. Xromatografiya usullari. Ion almashuv xromatografiyasi va uni dori shakllari tahlilida qo'llanilishi.
16. Gaz xromatografik tahlil asoslari. Alkaloidlarni gaz xromatografik usulda aniqlash.
17. Gaz xromatografik tahlil asoslari. Spirt saqlovchi dori vositalarini gaz xromatografik usulda aniqlash.
18. Spirtli nastoykalar tarkibidagi spirt miqdorini gaz suyuqlik xromatografik usulda aniqlash.
19. Yurak glikozidlarni gaz suyuqlik xromatografik usulda aniqlash.
20. Streptomitsin dori vositasini gaz suyuqlik xromatografik usulda aniqlash.
21. Pirimidin xosilalarini GX-MS usulda aniqlash.
22. Benzodiazepin xosilasining metabolitini GX-MS usulda aniqlash.
23. Analgetik dori vositasini GX-MS usulda aniqlash.
24. Sulfanilamid dori moddasini YuSSX usulda aniqlash.
25. Dori vositalari tahlilida fotometrik usulni qo'llash. Alkaloidlar misolida.
26. Dori vositalari tahlilida fotometrik usulni qo'llash. Nitrofurani hosilalari misolida.
27. Dori vositalari tahlilida fotometrik usulni qo'llash. Mahalliy anestetiklar misolida.
28. Spektrofotometrik tahlil. Yurakglikozidlarini UB spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
29. Spektrofotometrik tahlil. Neyroleptik dori vositalarini UB spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
30. Nefelometrik va turbidimetrik usullari va uni dori shakllari tahlilida qo'llanilishi.
31. Lyuminessent usuli va uni dori shakllari tahlilida qo'llanilishi.
32. Alkaloidlarni spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
33. Spektrofotometrik usulda vitaminlarni sifat va miqdorini aniqlash.

34. Fotometrik usulda yurak glikozidlarini sifat va miqdorini aniqlash.
35. Spektrofotometrik usulda yurak glikozidlarini sifat va miqdorini aniqlash.
36. Alkaloidlarni spektrofotometrik usullarda sifat va miqdorini aniqlash.
37. Fotometrik usulda piridin va pirimidin xosilalarini saqlovchi dori moddalarini sifat va miqdorini aniqlash.
38. Spektrofotometrik usulda achchiq glyukozid saqlovchi dori moddalarini sifat va miqdorini aniqlash.
39. Fenotiazin xosilalarini fotometrik usullarda sifat va miqdorini aniqlash.
40. Fenotiazin xosilalarini spektrofotometrik usullarda sifat va miqdorini aniqlash.
41. Barbitur kislota hosilalarini IQ-spektrofotometrik usullarda sifat va miqdorini aniqlash.
42. 1,4-benzodiazepin xosilalarini IQ-spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
43. Antidepressantlarni MS usulda sifat va miqdorini aniqlash.
44. Maxalliy ta'sir etuvchi lidokain dori moddasini spektrofotometrik usulda sifat va miqdorini aniqlash.
45. IQ spektrofotometriya usulini dori moddalari tahlilida qo'llanilishi.
46. Mass-spektrofotometrik tahlil, uni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
47. Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili, uning dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
48. Neyroleptik dori vositalarini Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili
49. Yurak glikozidlarini Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili
50. Antidepressantlarni Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili
51. Antibiotiklarni Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili
52. Antigipertenziv dori vositalarini Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili
53. Benzodiazepin xosilalarini Yuqori samarali suyuqlik-suyuqlik xromatografik tahlili
54. Xromato-Mass spektrometrik tahlil, uni dori vositalari tahlilida qo'llash.
55. Neyroleptiklarni Xromato-Mass spektrometrik tahlili
56. Yurak glikozidlarini Xromato-Mass spektrometrik tahlili
57. Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopiya tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
58. Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.
59. Polyarimetrik usulda dori vositasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash
60. Neyroleptik dori vositalarini Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili
61. Yurak glikozidlarini Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili
62. Antidepressantlarni Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili
63. Tarkibida spirt saqlovchi dori vositalarini Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopik tahlili
64. Atom absorbsion fotometrik tahlil asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.
65. Emission fotometrik tahlil asoslari va usulni dori vositalari tahlilida qo'llash.
66. Yadro magnit rezonansi asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.

VI. Asosiy va qo'shimcha o'quv adabiyotlar hamda axborot manbaalari

Asosiy adabiyotlar

1. Q.A. Ubaydullayev, A.A. Muxitdinov Dori vositalarini fizik - kimyoviy tahlil usullari, O'quv qo'llanma. –T.: TFI bosmaxonasi, –2019. 294 b.
2. A.N. Yunusxo'jaev, Q.A. Ubaydullaev va b. Dori vositalarining zamonaviy tahlil usullari. Darslik –T.: «EXTREMUM PRESS» – 2010, 640 b.
3. S.N. Bikovskiy Rukovodstvo po instrumentalnim metodam issledovaniya pri razrabotke i ekspertize kak estvaley karstvennykh preparatov, —M.: Izd-vo Farmkontrakt, – 2014, 697 s.
4. A.I. Slivkin, V.F. Selemenev, E.A. Suxoverxova Fiziko-ximicheskie i biologicheskie metody issledovaniya kak estvaley karstvennykh sredstv. Uchebnoe posobie / Podred. V. G. Artyuxova, A. I. Slivkina. — Voronej: Izd-vo VGU, –1999. 368 s.

Qo‘shimcha adabiyotlar

1. Mirziyoev Sh.M. Erkin va farovon demokratik O‘zbekiston davlatini birgalikda barpo etamiz. Toshkent, “O‘zbekiston” NMIU, 2017. – 29 b.
2. Mirziyoev Sh.M. Qonun ustuvorligi va inson manfaatlarini ta’minlash yurt taraqqiyoti va xalq farovonligining garovi. “O‘zbekiston” NMIU, 2017. – 47 b.
3. Mirziyoev Sh.M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birga quramiz. “O‘zbekiston” NMIU, 2017. – 485 b.
4. O‘zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017 yil 7 fevraldagi “O‘zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo‘yicha harakatlar strategiyasi to‘g‘risida” gi PF-4947-sonli Farmoni. O‘zbekiston Respublikasi qonun hujjatlari to‘plami, 2017 y., 6-son, 70-modda.
5. T.A.NesterovaIspolzovanie kolorimetrii i fotokolorometrii v analize lekarstvennykh sredstv. Prakticheskoe rukovodstvo — Voronej.: Izd-vo 2003-35s
6. A.Kar Pharmaceutical drug analysis. New Delhi. 2005-434p
7. A.F. Douglas, J.R. Stanley Principles of Instrumental Analysis. Canada. 2007-1057 p
8. . B.D Minstry. A handbook of spektroskopicheskaya khimiya. Oxford. 2009-200p
9. The United States Pharmacopeia (USP) 32, - NF 27, 2009
10. D.L.Pavia G.M.Lampman. Introduction to spectroscopy. Bellingham. Washington. 2007-200p
11. M.I.Alixodjaeva, V.A.Popkov., Fiziko-ximicheskie i toksikologicheskie issledovaniya nekotorykh diurnykh lekarstvennykh sredstv. Uchebnoe posobie, M.: Izdatelstvo Moskovskogo universiteta 2008, - 247 s.
12. Gosudarstvennaya farmakopeya XI vypusktom I –M. 1987 g.-336s
13. Gosudarstvennaya farmakopeya XII vypusktom II –M 1990g.-398s

Internet saytlari

1. www.wikipedia.com
2. www.pharmapractice.ru
3. www.remedium.ru
4. www.pharmvestnik.ru
5. www.biotehnolog.ru
6. www.Ziyonet.uz
7. www.edv.uz
8. www.nuuz.uz
9. www.bimm.uz

**O'zbekiston Respublikasi Sog'liqni saqlash vazirligi
Toshkent farmatsevtika instituti**



**DORI VOSITALARINING INSTRUMENTAL TAHLIL USULLARI
FANINING ISHCHI O'QUV DASTURI**

Bilim sohasi: 500000 -Sog'liqni saqlash va ijtimoiy ta'minot
Ta'lim sohasi: 510000 -Sog'liqni saqlash
Ta'lim 5510500 -Farmatsiya (klinik farmatsiya)
yo'nalishlari:

Umumiy o'quv soati:	272	
Jumladan:	7- semester	8- semestr
Ma'ruza:	28	28
Laboratoriya	70	28
mashg'ulotlari:		
Mustaqil ta'lim soati:	59	59

Toshkent – 2021

Fanning ishchi o'quv dasturi O'zbekiston Respublikasi Sog'liqni saqlash vazirligi 20__ yil " __ " __ dagi __ -sonli buyrug'i bilan (buyruqning __ -ilovasi) tasdiqlangan "Dori vositalarining instrumental tahlil usullari" fani dasturi asosida tayyorlangan.

Fan dasturi Toshkent farmatsevtika instituti MUK 20__ yil " __ " __ dagi __ -sonli bayoni bilan tasdiqlangan.

Tuzuvchilar:

Olimov X.Q. -Farmatsevtik kimyo kafedrası mudiri, farm.f.n., dotsent
Xusainova R.A. -Farmatsevtik kimyo kafedrası dotsenti, farm.f.d., dotsent
Toshpo'latova A.D. -Farmatsevtik kimyo kafedrası dotsenti, farm.f.d., dotsent

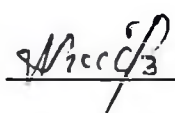
Taqrizchilar:

D.A. Zulfiqorieva - Toksikologik kimyo kafedrası dotsenti, farm.f.d., dotsent
M.M. Xamdamov - MCHJ "Dori vositalarini standartlash IlmiyMarkazi" raxbari, farm.f.n. (PhD)

Toshfarmi Farmatsiya fakulteti dekani:

2021 yil " __ " __ dagi __ - sonli majlis bayoni  V.R. Haydarov

Toshfarmi, "Farmatsevtik kimyo" kafedrası mudiri:

2021 yil « __ » __ dagi __ -sonli majlis bayoni  X.Q. Olimov

KIRISH

1. O'quv fani o'qitilishi bo'yicha uslubiy ko'rsatmalar

Dori vositalarining instrumental tahlil usullarini farmatsiya fanlari orasida yetakchi o'rinlardan biri bo'lib, uning maqsadi dori vositalarini tahlil qilishning instrumental usullarini talabalarga o'rgatish va o'sha asbob uskunadan foydalanish bo'yicha aniq bilim berish va ko'nikmalar hosil qilishdan iboratdir. Fanni o'rganish natijasida kerakli bilim va amaliy ko'nikmalariga ega bo'lgan farmatsevt, MX talablari asosida dori vositasini sifatiga baxo bera olish malakasini egallashdan tashqari MX tuzish, tahlil usullari bilan solishtirish, dori vositalari tarkibidagi yot moddalarni aniqlash, dori vositalarining turg'unligini oshirish va yaroqlilik muddatini uzaytirish masalalarini ham hal eta oladi. Dori vositalarining sifatini nazorat qilishda qo'llaniladigan zamonaviy usullar, ularning nazariy asoslari va amaliy qo'llanilishi, murakkab tarkibli dori vositalari tahlilining o'ziga xos tomonlari, qo'llaniladigan kimyoviy va fizik-kimyoviy usullarini tanlashni o'rganish va amaliyotga tadbiiq etishdan iborat.

Fan bo'yicha talabalarining bilim, ko'nikma va malakalariga quyidagi talablar qo'yiladi. **Talaba:**

- dori moddalarning kimyoviy tuzilishi bilan uning fiziologik faolligi orasidagi o'zaro bog'liqlik qonuniyatlarini bilish;
- dori moddalarning va dori vositalarning tarkibida bo'lishi mumkin bo'lgan yot moddalar va ularning parchalanish mahsulotlarini aniqlash;
- dori vositalarining MX asosida yaratish va uni takomillashtirish haqida **tasavvurga ega bo'lishi**;
- dori vositalarining tahlilini amalga oshirishning instrumental usullarini o'rganish va yuzaga kelishi mumkin bo'lgan muammolarini hal eta olish;
- murakkab tuzilishga ega bo'lgan dori moddalarni element tahlilining zamonaviy usullari asosida sifat va miqdoriy tahlilini bajara **bilishi va ulardan foydalana olishi**;
- gomeopatik dori vositalari sifatini zamonaviy aspektda tahlil qila olish;
- dorivor o'simlik xom-ashyosi va fitopreparatlarning tahlilini malga oshira bilish;
- sanoatda ishlab chiqariladigan murakkab tarkibli dori vositalarining sifatini belgilash **ko'nikmalariga ega bo'lishi lozim**.

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari fanining boshqa fanlar bilan integratsiyasi:

Dori vositalarining instrumental tahlil usullari fanini mukammal o'zlashtirish uchun talabalar quyidagi fanlardan yetarli bilim, ko'nikma va malakaga ega bo'lishlari kerak:

- farmatsevtik kimyo;
- analitik kimyo;
- toksikologik kimyo;
- farmakognoziya;
- farmatsevtik texnologiya;
- dori vositalarini ishlab chiqarish validatsiyasi;
- sertifikatziya va standartizatsiya;
- dori vositalarining zamonaviy tahlil usullari;
- farmatsevtika ishini tashkil qilish.

2. Ma'ruza mashg'ulotlari

1-jadval

t/r	Ma'ruzalar mavzulari	Dars soatlari hajmi
	7-semestr	
1	Instrumental tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar va ularning tasniflanishi. Dori moddasining qotish, suyuqlanish, qaynash haroratini va zichligini aniqlash.	2
2	Elektrokimyoviy tahlil usullari. Potensiometriya va konduktometriya nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.	2
3	Optik usullarning dori vositalari tahlilida qo'llanilishi. Dori vositasini mikroskopik usulda tahlil qilish. Polyarimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish.	2
4	Optik usullarning dori vositalari tahlilida qo'llanilishi. Refraktometrik usulda dori vositasini chinlik va miqdorini aniqlash.	2
5	Fotometriya, nazariy asoslari, kolorimetriya va fotokolorimetriya. Fotometriya qonunlari.	2
6	Spektrofotometriya. Spektrofotometrik usulda qo'llaniladigan spektrofotometrlar va kyuvetalar haqida ma'lumot. Nur yutish spektri haqida ma'lumot.	2
7	UB-spektrofotometrik usulda dori vositalari chinligini va miqdorini tahlil qilish asoslari.	2
8	Nefelometriya va turbidimetriya, nazariy asoslari va dori vositalar tahlilida qo'llash.	2
9	Infra-qizil spektral tahlil, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.	2
10	Raman spektroskopiyasi tahlil usuli, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.	2
11	Mass spektral tahlil. Nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.	2
12	Fluorimetrik usul, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llash.	2
13	Yadro magnit rezonansi (YaMR) spektroskopiyasining nazariy asoslari va usulni dori moddalar tahlilida qo'llanilishi.	
14	Atom absorbsion spektroskopiya usulini nazariy asoslari.	2
	Jami:	28
	8-semestr	
1	Xromatografik tahlil usullari haqida umumiy ma'lumotlar. Xromatografiyaning rivojlanish tarixi va sinflanishi.	2

2	Moddalarni xromatografik usulda ajralishining fizik-kimyoviy xossalari. Qog'oz xromatografik tahlil usuli va uning variantlari.	2
3	Xromatografik sorbentlar, ularning xarakteristikasi. Sorbsiya prosessining nazariy asoslari.	2
4	Yupqa qatlam xromatografiyasi, uning uslubiy asoslari. Mustahkamlangan va mustahkamlanmagan sorbentlar yordamida xromatografik tahlillar.	2
5	Gel xromatografiyasi, nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	2
6	Gaz xromatografiyasi. Usulning nazariy asoslari va dori vositalari tahlilida yuqori effektivusul.	2
7	Gaz xromatografik usulda dori vositalari chinligini va miqdoriy tahlil qilish asoslari.	2
8	Gaz xromato - mass spektroskopik usulda dori vositalari chinlik va miqdoriy tahlil qilish asoslari.	2
9	Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulini dori vositalar tahlilida qo'llash. Yuqori samarali suyuqlik xromatografining tuzilishi, xromatografik kolonka turlari va elyuant tanlash.	2
10	Yuqori samarali suyuqlik xromatografik usulini dori vositalar tahlilida qo'llash. Dori vositalarining chinlik va miqdorini usulida tahlil qilish.	2
11	Qattiq dori shakllarining eruvchanligi va parchalanuvchanligini aniqlash.	2
12	Elektroforez va kapilyar elektroforez tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llash.	2
13	Termodesorbsion sirt ionlashuv spektroskopiya usulini dori vositalar tahlilida qo'llash.	2
14	Immunoferment tahlil usullari.	2
Jami:		28
Jami:		56

Ma'ruza mashg'ulotlari multimedia qurilmalari bilan jixozlangan auditoriyada akademik guruxlar oqimi uchun o'tiladi.

3. Laboratoriya mashg'ulotlari

Darsni olib borish rejasi (xronoharita):

1. O'qituvchining mavzu bo'yicha kirish so'zi -10 daqiqa;
2. Talabalarning bilimini og'zaki usulda mavzuga tegishli savollar bilan tekshirish -30 daqiqa;
3. Mavzuni tushuntirish: o'qituvchi talabalarning bergan javoblariga qarab, yo'l qo'yilgan xatoliklarni tuzatib, javoblarni umumlashtiradi - 15 daqiqa;
4. Kundalik daftarni tekshirish: (farmakopeya maqolasida keltirilgan ko'rsatkichlarni, kimyoviy reaksiyalarni, hisob-kitob to'g'ri yozilganligiga ahamiyat beriladi) – 10 daqiqa;
5. Laboratoriya ishini bajarish: (mavzuga tayyor, kundaligi to'g'ri yozilgan talabaga laboratoriya mashg'ulotini bajarish uchun ruxsat beriladi. O'qituvchi tomonidan tahlil jarayoni nazorat qilib boriladi) -80 daqiqa;
6. Bajarilgan ishini qabul qilish - 15 daqiqa.

Jami: 200 daqiqa.

2-jadval

№	Laboratoriya mashg'ulotlarining mavzulari	Dars soatlari hajmi
	7-semestr	
1	Instrumental tahlil usullarin bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari. Dori vositasining qaynash va suyuqlanish haroratini aniqlash.	5
2	Dori moddalarinig qovoshqoqligi, zichligi va nalgini aniqlash aniqlash.	5
3	Potensiometrik usulda dori vositasini tahlilini amalga oshirish.	5
4	Konduktometriya usulida dori vositasini tahlil qilish.	5
5	Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.	5
6	Polyarimetrik usulda dori vositasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash.	5
7	Dori vositasining zarrachalar shaklini mikroskopik tahlil qilish.	5
8	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish. Svetofiltr tanlash.	5
9	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini miqdoriy tahlil qilish	5
10	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini aniqlash.	5
11	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash	5
12	Infraqizil spektroskopiya usulida dori vositasini tahlilini amalga oshirish.	5
13	Yadro magnit rezonans usulida dori vositalarini tahlil qilish.	5
14	Flyuorimetrik usulni dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	5
	Jami:	70
	8-semestr	
1	Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil qilish	2
2	Yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyati YuQX usuli uchun plastinka tayyorlash.	2
3	YuQX usulida dori preparatlarining tahlili.	2
4	Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositalarini tayyorlash va chinligini aniqlash	2
5	Gaz xromatografiya tahlil usulida dori vositalarini miqdorini aniqlash	2
6	Gaz xromato - mass spektroskopik usulda dori vositalari	2

	chinlik va miqdoriy tahlil qilish	
7	YuSSX tahlil usulini amalga oshirish uchun YuSSX qurilmasini tahlilga tayyorlash	2
8	YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini aniqlash.	2
9	YuSSX usulida dori preparatining miqdorini aniqlash.	2
10	YuSSX usulida dori vositasi tarkibidagi yot moddalarni aniqlash.	2
11	Dori vositalarini eruvchanligi va parchalanuvchanligini aniqlash.	2
12	Elektroforez tahlil usuli yordamida dori vositasini tahlil qilish.	2
13	Termodesorbsion sirt ionlashuv tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	2
14	Immunoferment analiz usulida dori vositalarni aniqlash.	2
	Jami:	28
	Jami:	98

Laboratoriya mashg'ulotlari faol va interfaol usullar, ko'rgazmali tarqatma materiallar, laboratoriya jihozlari, qurilmalari va axborot multimedia qurilmalari bilan jihozlangan auditoriyada xar bir akadem guruhga aloxida o'tiladi.

4.Talabalar tomonidan fan bo'yicha olinadigan amaliy ko'nikmalar

3-jadval

№	Mavzuning nomi	Amaliy ko'nikmalar
9-semestr		
1	Instrumental tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari. Dori vositasining qaynash xaroratini aniqlash.	Instrumental tahlil usullarini bajarishda xavfsizlik qoidalariga rioya qilish chora tadbirlari. Dori vositasining qaynash xaroratini aniqlashbo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
2	Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish.	Refraktometrik usulda dori vositasini tahlil qilish bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish

		malakalariga ega bo'ladi.
3	Polyarimetrik usuldori vositasining qutblangan nurniburish burchagini aniqlash.	Polyarimetrik usulda dori vositasining qutblangan nurni burish burchagini aniqlash bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishi lozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedogogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
4	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish. Svetofiltr tanlash.	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini tahlil qilish va bu jarayonda svetofiltr tanlash bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilish lozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedogogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
5	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini miqdoriy tahlil qilish	Fotoelektrokolorimetrik usulda dori vositasini miqdoriy tahlil qilish bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilish lozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedogogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
6	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini aniqlash.	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining chinligini aniqlash bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilish lozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedogogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
7	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash	UB-spektrofotometrik usulda dori vositasining miqdorini aniqlash bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilish lozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedogogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
8	Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil	Qog'oz xromatografiyasi usulida rutinni tahlil qilish bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilish lozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedogogik

	qilish	texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
9	Yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyati. YuQX usuli uchun plastinka tayyorlash.	Yupqa qatlam xromatografiya usulining mohiyati haqida talaba chuqur bilishi va YuQX usuli uchun plastinka tayyorlash bo'yicha ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
10	YuQX usulida dori preparatlarining tahlili.	YuQX usulida dori preparatlarining tahlili bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
11	Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositalarini tayyorlash va chinligini aniqlash	Gaz xromatografiya tahlil usuli uchun dori vositalarini tayyorlash va chinligini aniqlash bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
12	Gaz xromatografiya tahlil usulida dori vositalarini miqdorini aniqlash	Gaz xromatografiya tahlil usulida dori vositalarini miqdorini aniqlash bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
13	YuSSX tahlil usulini amalga oshirish uchun YuSSX qurilmasini tahlilga tayyorlash	YuSSX tahlil usulini amalga oshirish uchun YuSSX qurilmasini tahlilga tayyorlash bo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish,

		to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
14	YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini aniqlash.	YuSSX usulida dori preparatlarining sifatini aniqlashbo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
15	YuSSX usulida dori preparatining miqdorini aniqlash.	YuSSX usulida dori preparatining miqdorini aniqlashbo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
16	YuSSX usulida dori vositasi tarkibidagi yot moddalarni aniqlash.	YuSSX usulida dori vositasi tarkibidagi yot moddalarni aniqlashbo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
17	Dori vositalarini eruvchanligi va parchalanuvchanligi ni aniqlash.	Dori vositalarini eruvchanligi va parchalanuvchanligini aniqlashbo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.
18	Termodesorbsion sirt ionlashuv tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	Termodesorbsion sirt ionlashuv tahlil usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishibo'yicha talaba ko'nikma hosil qilishilozim. Mazkur mavzuni o'rganish jarayonida turli pedagogik texnologiyalardan faol usul, prezentatsiya, ishbilarmon o'yinlar, aqliy xujum va boshqa usullardan foydalanishi, shu bilan bir qatorda tahlil va sintez, statistik jadvallar orqali fanning asosiy mohiyatini ifoda etib berish, to'plash va ulardan foydalanish malakalariga ega bo'ladi.

5. Mustaqil ta'lim

4-Jadval

№	Mustaqil ta'lim mavzulari	Dars soatlari hajmi
7-semesrt		
1	Fizik tahlil usullaridan: suyuqlanish va qotish haroratini aniqlash.	
2	Fizik tahlil usullaridan: modda zichligini va nur sindirish xususiyatlarini aniqlash.	
3	Fizik tahlil usullaridan: qutblangan nurni burilish burchagini va optik siljishini aniqlash.	
4	Fizik-kimyoviy tahlil usullaridan elektr toki va issiqlik o'tkazuvchanligini aniqlash.	
5	Fizik-kimyoviy tahlil usullaridan moddalarning qaynash va erish haroratini aniqlash.	
6	Kapillyar elektroforez usulida dori vositalari tahlili.	
7	Vizual kolorimetrik usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
8	Ekstraksion fotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
9	Differensial spektrofotometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
10	Spektrofotometrik usulda spektral xarakteristikasini tuzish va unga funksional guruxlarni ta'sirini izohlash.	
11	Nefelometriya usulini dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
12	Dori moddalarining chinligi va miqdorini aniqlashda qo'llaniladigan polyarometriya usulining mohiyatni o'rganish.	
13	Dori moddalarining chinligi va miqdorini aniqlashda qo'llaniladigan refraktometriya usulining mohiyatni o'rganish.	
14	Dori moddalarining chinligi va miqdorini aniqlashda qo'llaniladigan potentsiometriya usulining mohiyatni o'rganish.	
15	Kengaytirilgan Raman spektroskopiyasi.	
16	Fluorescent tahlili.	
17	Emission spektrometriyasi.	
	Jami:	
8-semesrt		
1	Ionometriya, suvli eritmalarini vodorod ko'rsatkichini aniqlash, dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
2	Kulonometriya.	
3	Ion xromatografiyasi. Ion xromatogrofini tuzilishi. Dori vositalari tahlilida qo'llanilishi.	
4	Qadoqlanmagan dori moddalar hamda tayyor dori vositasi tarkibidagi ayrim ingrediyentlarni tekshirishga mo'ljallangan usullar.	
5	Dori moddasi hamda dori turi tarkibidagi yot aralashmalar miqdorini aniqlashga mo'ljallangan usullar.	
6	Dori moddasining yoki tayyor dori turidagi asosiy ingradientning miqdorini aniqlashda foydalanilgan usullar.	
7	Tayyor dori turining sifatini baholash uchun «Eruvchanlik ko'rsatkichni	

	aniqlash maqsadida foydalaniladigan usullar.	
8	Dori moddalarining rentgenstruktura tahlili.	
9	Dori vositasining tiniqligi va rangliligini aniqlash.	
10	Dori vositasining namligini aniqlash usullari.	
11	Xarakterli kimyoviy siljishlar, ularning PMR spektrlari xolati va maydoni asosida dori moddasining miqdorini aniqlash.	
12	Tayyor dori turining sifatini baholash uchun «Bir holda dozalangan» kabi ko'rsatkichni aniqlash maqsadida foydalaniladigan usullar.	
13	Dori vositalarni tahlilida kompleks usullarni qo'llanilishi.	
14	Kulometrik tahlil usullari.	
15	Dorilarni tahlil qilish uchun skrining usullarini qo'llanilishi.	
16	Miqdoriy tahlil jarayonida olingan natijalar qiymatlarini statistik qayta ishlash.	
	Jami:	
	JAMI:	118

Mustaqil o'zlashtiriladigan mavzular bo'yicha talabalar tomonidan internet ma'lumotlarni to'plash, bibliografik annotatsiya va taqdimotlarni tayyorlash, test savollarini va vaziyatli masalalarni tuzish tavsiya etiladi.

6. Fan bo'yicha kurs ishi rejalashtirilmagan.

7. Ishlab chiqarish amaliyoti rejalashtirilmagan.

Fan bo'yicha talabalar bilimini baholash va nazorat qilish mezonlari

5-Jadval

Baxolash usullari	Ekspress testlar, yozma ishlar, og'zaki so'rov
Baholash mezonlari	5 ball “a'lo” - fanga oid nazariy va uslubiy tushunchalarni to'la o'zlashtira olish; - mavzu bo'yicha beriladigan vaziyatli masalalarni yechishda ijodiy fikrlay olish; - olib borilgan laboratoriya ishi yuzasidan xulosa va qaror qabul qilish; - mustaqil mushoxada yuritish; - mavzu yuzasidan olgan nazariy bilimlarini amalda qo'llay olish; - o'rganilayotgan mavzuning mohiyatini to'la tushunish; - namunalarni, instrumentlarni tahlilga tayyorlash - tahlilni olib borishni bilish, aytib berish va tasavvurga ega bo'lish.

	4 ball “yaxshi” - o'rganilayotgan mavzu bo'yicha mustaqil mushoxada yuritish; - tahlil natijalarini to' g'ri aks ettira olish; - mavzuning mohiyatini tushunish; - o'rganilayotgan mavzuning amaliy mohiyati bo'yicha tasavvurga ega bo’lish; - fan bo'yicha olgan nazariy bilimlarini amalda qo’llay olish; - mustaqil qaror qabul qilish.		
	3 ball “qoniqarli” - o'rganilayotgan mavzuning mohiyatini tushunish; - laboratoriya ishini bajarish bo'yicha tasavvurga ega bo’lish; - fan bo'yicha olgan nazariy bilimlarni bilish va aytib bera olish.		
	2 ball “qoniqarsiz” - o'tilgan fanning nazariy va uslubiy asoslarini bilmaslik; - o'rganilayotgan mavzuning amaliy mohiyati bo'yicha aniq tasavvurga ega emaslik; olingan nazariy bilimlarni amalda qo'llay olmaslik.		
	Reyting baxolash turlari	Maks. ball	O’tkazish vaqti
	Joriy nazorat: Laboratoriya mashgʻulotlarida faolligi, savollarga toʻgʻri javob berganligi, laboratoriya topshiriqlarni bajarilganligi uchun	5	Semestr boshlangʻich ikkinchi mashgʻulot oxirgi mashgʻulotga qadar har bir mashgʻulotda 5 bahoti baholanadi, <i>nazoratning oʻrtacha arifmetik qiymatini hisoblash:</i> Joriy nazoratning barcha baholari yigʻindi mustaqil taʼlim baho qoʻshiladi va darslar soni +mustaqil yigʻindisiga boʻlinadi va qiymatlar zarur hollarda yaxlitlanadi: JN (baholaryigʻindisi)+TMI (darslar soni) $(17+1=18)=4.7$ yaxlitlanadi-5 JN(baholaryigʻindisi)+TMI (darslar soni) $(17+1=18)=4.4$

			yaxlitlanadi-4
	Mustaqil ta'lim	5	Mustaqil ta'lim
	Oraliq nazorat	5	Semestr davomida bir marta o'tkaziladi.
	Yakuniy nazorat (yozma, og'zaki, test) Yakuniy nazorat fan yakunida talabanning nazariy bilim va amaliy ko'nikmalarini o'zlashtirish darajasini aniqlash maqsadida o'tkaziladi. Yakuniy nazorat turini o'tkazish shaklini institutning Markaziy uslubiy kengashi belgilaydi va ta'lim yo'nalishi ishchi o'quv rejasida qayd etiladi hamda rektor tomonidan tasdiqlanadi.	5	Semestr yaku nida tasdiqlangan j adval asosida
JAMI Talabanning tugallangan fan bo'yicha nazorat natijalarining o'rtacha arifmetik qiymati $((JN+ON + YaN):3)$ "baholash qaydnomasi"da (8-shakl) YaN ustuniga qayd etiladi va talabalarga stipendiya tayinlashda asos bo'ladi.		5	Talabanning tugallangan fan bo'yicha o'zlashtirish ko'rsatkichini aniqlash uchun JN, ON va YaN laming o' arifmetik qiym yig'indisini 3 bo'linadi va qiymatlar zarur ho yaxlitlanadi: $5 (JN) + 5 (ON) + 4 (YaN) = 14:3 = 4.6$ yaxlitlanadi - 5 $4 (JN) + 3 (ON) + 3 (YaN) = 11:3 = 3.3$ yaxlitlanadi - 3

8. Asosiy adabiyotlar:

5. Q.A. Ubaydullayev, A.A. Muxitdinov Dori vositalarini fizik - kimyoviy tahlil usullari, O'quv qo'llanma. –T.: TFI bosmaxonasi, –2019. 294 b.
6. A.N. Yunusxo'jaev, Q.A. Ubaydullaev va b. Dori vositalarining zamonaviy tahlil usullari. Darslik –T.: «EXTREMUM PRESS» – 2010, 640 b.
7. S.N.Bikovskiy Rukovodstvo po instrumentalnim metodom issledovaniy pri razrabotke i ekspertize kachestva lekarstvennix preparatov, —M.: Izd-vo Farmkon trakt, – 2014, 697 s.
8. A.I. Slivkin, V.F. Selemenev, E.A. Suxoverxova Fiziko-ximicheskie i biologicheskie metodi otsenki kachestva lekarstvennix sredstv. Uchebnoe posobie / Podred. V. G. Artyuxova, A. I. Slivkina. — Voronej: Izd-vo VGU, –1999. 368 s.

Qo'shimcha adabiyotlar

14. Mirziyoev Sh.M. Erkin va farovon demokratik O'zbekiston davlatini birgalikda barpo etamiz. Toshkent, "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 29 b.
15. Mirziyoev Sh.M. Qonun ustuvorligi va inson manfaatlarini ta'minlash yurt taraqqiyoti va xalq farovonligining garovi. "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 47 b.
16. Mirziyoev Sh.M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birga quramiz. "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 485 b.
17. O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017 yil 7 fevraldagi "O'zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo'yicha harakatlar strategiyasi to'g'risida" gi PF-4947-sonli Farmoni. O'zbekiston Respublikasi qonun hujjatlari to'plami, 2017 y., 6-son, 70-modda.
18. T.A.Nesterova Ispolzovanie kolorometrii i fotokolorometrii v analize lekarstvennykh sredstv. Prakticheskoe rukovodstvo —Voronej.: Izd-vo 2003-35s
19. A.Kar Pharmaceutical drug analysis. New Delhi.2005-434p
20. A.F. Douglas, J.R. Stanley Principles of Instrumental Analysis. Canada. 2007-1057 p
21. . B.D Minstry. A handbook of spektroskopicheskoy khimii. Oxford. 2009-200p
22. The United States Pharmacopeia (USP) 32, - NF 27, 2009
23. D.L.Pavia G.M.Lampman. Introduction to spectroscopy. Bellingham. Washington. 2007-200p
24. Государственная фармакопея XI выпуска, том I –М. 1987 g.-336с.
25. Государственная фармакопея XII выпуска, том II –М 1990g.-398с.
13. Государственная фармакопея XIII изд. – Москва.- электр. издание.
14. Государственная фармакопея РУз –Ташкент, 2021, электр. издание.

Internet saytlari

10. www.wikipedia.com
11. www.pharmapractice.ru
12. www.remedium.ru
13. www.pharmvestnik.ru
14. www.biotehnolog.ru
15. www.Ziyonet.uz
16. www.edy.uz
17. www.nuuz.uz
18. www.bimm.uz

5.3. TARQATMA MATERIALLAR.

3

Физик кимёвий (инструментал) тахлил усуллари хакида умумий маълумотлар.

Дори моддаларни кимёвий таркибини ва уларнинг таркибидаги аралашмаларни аниқлашда асосан:

а) физикавий усуллар

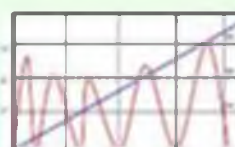
б) кимёвий усуллар

в) физик-кимёвий усуллар.



Инструментал усулларнинг синфланиши

1. **Оптик** – моддалар ва улар эритмаларнинг оптик хусусиятларини ўлчашга асосланган.
2. **Электрокимёвий** – модда эритмаларининг электр хусусиятлари...
3. **Резонансли** – электр ёки магнит майдонида модданинг резонанс ютилиш ҳолатига асосланган.
4. **Радиометрик** – радиоактивлик хусусиятига асосланган

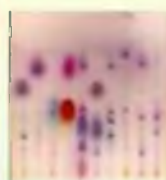


Инструментал усулларнинг синфланиши

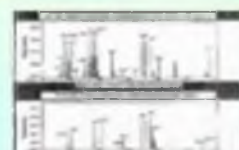
1. **Термик** – иссиқлик эффектларини (қуришти, титрлаш каби) ўлчаш



2. **Хроматографик** – ажратишнинг хроматографик усуллари



3. **Масс-спектрал** – модда молекулаларининг ионланган парчаланиш маҳсулотларининг массасини ўлчашга асосланган



4. **Ультратовушли** – модда эритмаларида ультратовушнинг тезлигини ўлчаш орқали.

Қимёвий тузилишига қўра эритмалари аниқ рН муҳит
характерловчи дори моддалар.

№	Моддалар сони	рН
1	Глютамин кислотаси	3,1-3,7
2	Акрилин	3,5-5,0
3	Адонизид	5,0-6,5
4	Адреналин гидро тартарати	3,0-3,8
5	Амиказол	2,7-3,5
6	Аликазол суртмаси	4,5-5,5
7	Анатоксин (дифтерияси)	6,8-7,2
8	Анатоксин (диферия ва столбнякна)	6,8-7,3
9	Анатоксин (стафилакокка)	7,0-7,2
10	Анатоксин (столбнякка)	6,8-7,2
11	Алорафин НСl	4,3-5,3



2-расм. Ҳар хил қалинликдаги
куветалар

Фотоэлектроколориметр – КФК-2



Длина волны в нанометрах (нм)



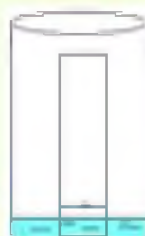
Спектрофотометр – Agilent 8354 ва унинг куветаси.

Хроматографияда боғларни ҳосил қилиш учун кўпроқ қўлланиладиган эритувчиларнинг ярим миқдорий баҳолалиши

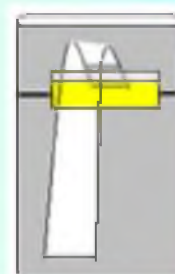
№	Эритувчи	Акцептор	Давар	Дисперсия	Дисперсия	Координатсия	Ном
1	Алифатик углеводородлар (гексан)	-	-	-	++++	-	-
2	Тетрагидрометан	-	-	(+)	+++	+	-
3	Сироудлерол	-	-	(+)	+++	+	-
4	Бензол	+	-	-	+++	+	-
5	Хлороформ	-	++	→(+)	++	+	-
6	Дихлорметан	-	+(+)	+++	++	+	-
7	Дихлоретан	-	+	+++	+++	+	-
8	Эфир	+++	-	++	+++	+++	-
9	Дихлорэтил эфир						-
10	Тетрагидрофуран	+++(+)	-	++	+++(+)	→(+)	-
11	Метанол	+++(+)	-	+++	++	+++(+)	-
12	n-бутанол	→(+)	+++	+++	++	+++	+
13	Фенил	++	+++(+)	+++	++	++	++
14	Ацетон	+++	+	+++	++	+++	-
15	Сирок хлоретан	→	++++	→	→	→	++++
16	Этилacetat	→(+)	(+)	+++	+++	→(+)	-
17	Сул	+++	+++	→(+)	+	+++	++
18	Формол	+++	++	++++	+	+++	-
19	Диметилфтороаксил	++++	+	++++	→	++++	-
20	Пиродин	++++	-	→	→(+)	++++	-

Ҳозирги кунда, қоғоз хроматографиясининг турли вариантлари қўлланилади. Улардан қўлланишга қулай усулларни тушунтирамыз.

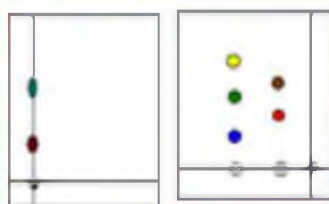
1) Пастдан юқорига кўтарилувчи хроматографик жараён.



2) Юқоридан наётта томон хроматографияси.



3) Иккилама қоғоз хроматограммаси варианты



4) Колонкали қоғоз хроматографияси

5) Радиал қоғоз хроматографияси

Эритувчиларнинг элюотроп қаторлари

№	Траппе	Стрейт	Джесс ва Мейсо	Райхштейн ва Шоппе	Негер	Штаб
1	Петролейн эфир	Петролейн эфир	Гексан	пентан	пентан	Пентан, гексан, гептан
2	Диэтоксиметан	Диэтоксиметан	Бензол	Петролейн эфир	Петролейн эфир	Диэтоксиметан, диэтоксиметан
3	Тетрагидрометан	Углерод сульфид	эфир	бензол	Тетрагидрометан	CCl ₄
4	Трихлорметан	эфир	Хлороформ	эфир	бензол	Толуол, бензол
5	Толуол	ацетон	этил ацетат	хлороформ	Эфир	Диэтоксиметан, хлороформ
6	Бензол	Бензол	Диэтоксиметан	метанол	Диэтоксиметан	тетрагидрометан
7	Диэтоксиметан	толуол	Бутанол-1		хлороформ	Эфир
8	Хлороформ	Эфир, сул. ж-та	ацетон		ацетон	метанол, ацетон
9	Эфир		Этанол		Этил ацетат	Этил ацетат
	Этил ацетат	Диэтоксиметан	метанол		пропанол	Пероксид
	Ацетон	Спиртлар			Этанол	Тетрагидрофуран
	Пропанол-1	пероксид			Сул	Диоксан, ацетон
	Этанол	Органик ж-та			Спирт ж-та	Ацетон, бензол
	Метанол					Этанол, метанол, CH ₃ COOH, сул ж-та, сул



ГХ усул тарихи

1941 йил илк бора А.Дж.Мартин ва Р.Л.Синглар ГСХ усулини таклиф этишди.

1949 йил Н.М.Туркельтауб газларнинг хроматографик ажралишини курсатиб берди.

1952 йил А.Джеймс ва А.Дж.Мартинлар ГХ усулининг асосини ишлаб чиқишди.

1953 йилда Д.А.Вяхиров, А.И. Брук ва С.А.Гутлин, Янаклар биринчи марта газ хроматографик колонкадан чиқаётган текширилувчи моддаларни аниқлаш усулини таклиф этдилар. Бунда колонкадан чиқаётган газ оксимининг (CO₂) бюреткадаги ишқорда ютилишини кўрсатилади.

Газ хроматографияси қуйидаги белгиларига асосланиб таснифланади:

1) фазаларни агрегат ҳолатига асосланиб:

а) Газ-адсорбцион хр. қўзғолувчи фаза сифатида газ, қўзғалмас фаза эса — қаттиқ модда- сорбент (ёғочли кўмир, силикагель ва б) ишлатилади.

б) Газ суюқлик хр. Қўзғолувчи фаза сифатида инертный газ- H_2 , $Ar...$ қўзғалмас фаза эса — колонка четларига суртилган юкори кайнаш хароратига эга булган суюқлик.

2) элементар хусусиятларига асосан: қўзғалмас ва қўзғалувчи фаза

3) фазаларни ўзаро ҳаракатига асосан:

а) Элюэнт (проявитель) б) Фронтал в) Сикиб чиқариш хроматографияси

4) асбоб усулларнинг жихозланишига асосан: колонкали, капляяр

5) олиб бориладиган ишнинг мақсадига асосан: Газ-хромато масс спектрал

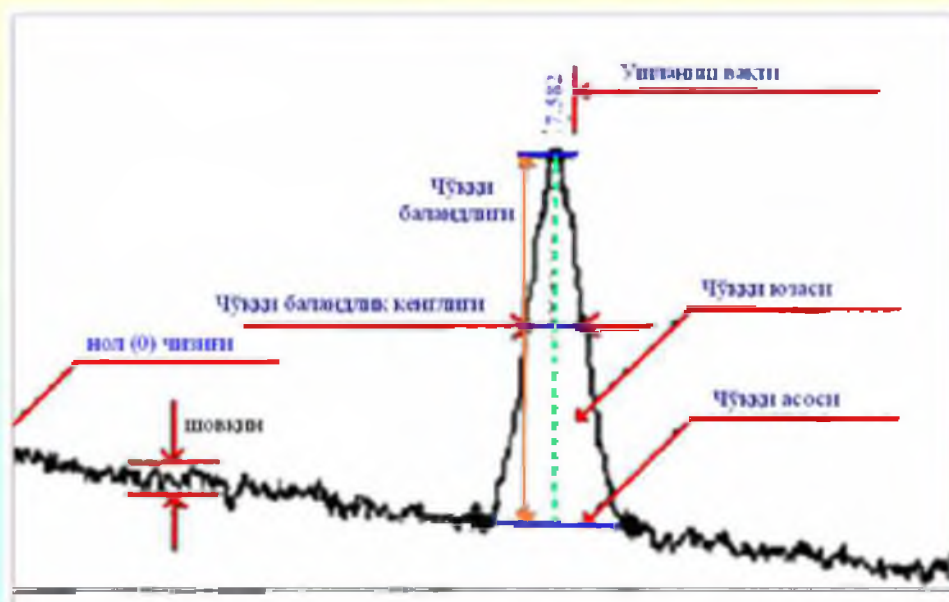


**Намунани
хроматографга кирғизиш**

Микрошприц ёрдамида буглатгичга намуна юборилади. Одатда буглатгич харорати колонка хароратидан $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ га юкори булади. Киритилувчи намуна хажми — бир неча микролитр.

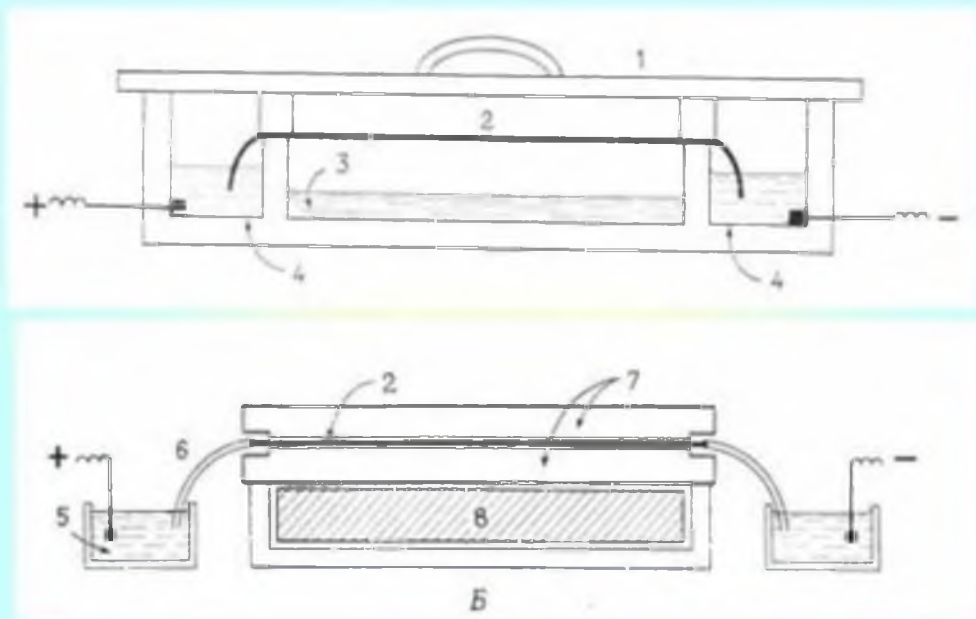
ГСХ да моддалар сифатини аниқлаш босқичлари

Детекторлардан олинган сигналнинг газ оқими ҳажмига ёки колонкадан ажралаётган модданинг колонкада ўшланиш вақтига боғлиқлигини кўрсатувчи эгри ажратиш чизиклари ёки хроматограмма деб аталади.

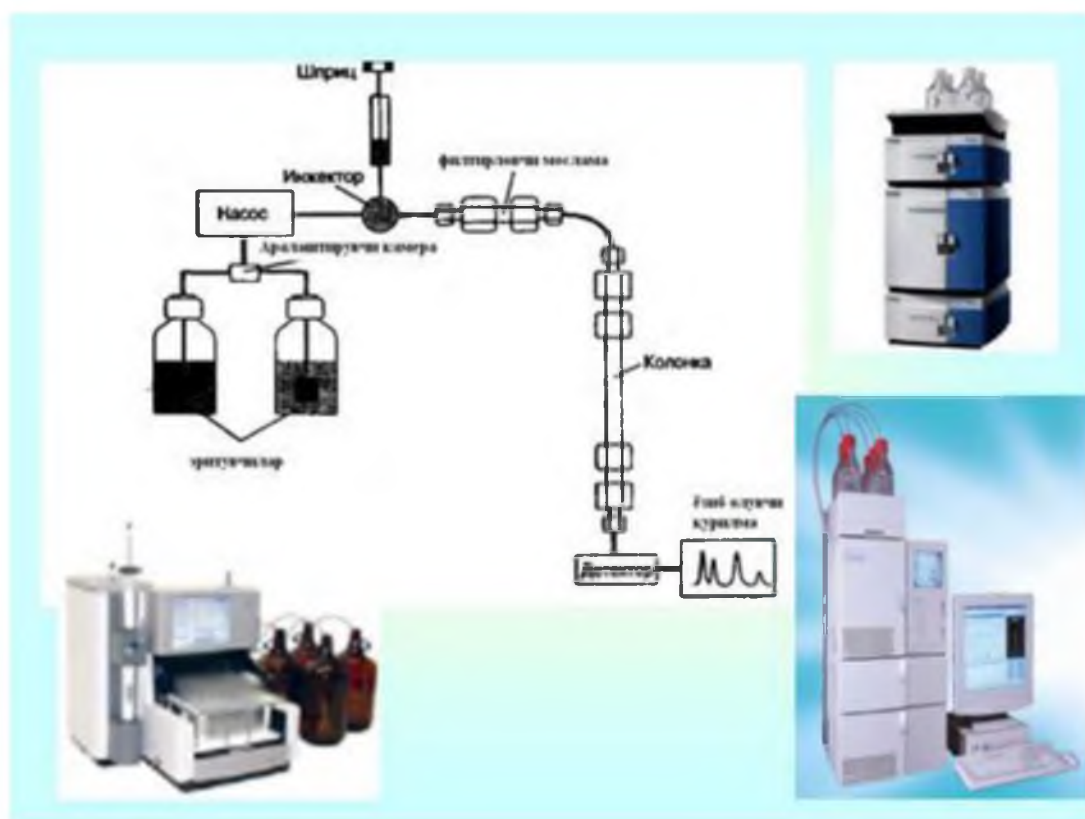


Айрим фенотиазин ҳасилаларини ГСХ ўшланиш параметрлари (вақтдақиқа)

Бирикмалар номи	Колонка ҳарорати °C		
	165°C	180°C	210°C
Хлорпромазин	5,7	27	0,9
Хлорпромазин гидрохлорид	6,2	30	-
этапромазин	3,7	-	-
Этапромазин гидрохлорид	4,1	20	-
Флюфеназин	13	-	6,6
Флюфеназин гидрохлорид	13	13	7,3
Мепазин	7,3	33	-
Мепазин гидрохлорид	7,7	35	-
Метокситрамазин	8,5	38	-
Метокситрамазин малсат	9,5	43	-
Перфеназин	13	-	13
Проклорперазин	32	125	2,9
Проклорперазин дималсат	37	138	3,0



Паст вольгли (А) ва юкори вольгли кохоз электрофорезнинг схемаси
 1 - копкок; 2 - кохоз катлами; 3 - камеранинг намлик даражасини ушлаб туриш
 учун суюклик; 4,5 - буфер эритмали кюветлар; 6 - ток ўтказувчи фитил; 7 -
 совитувчи пластинкалар; 8 - ҳаво тўлдирилган копча.



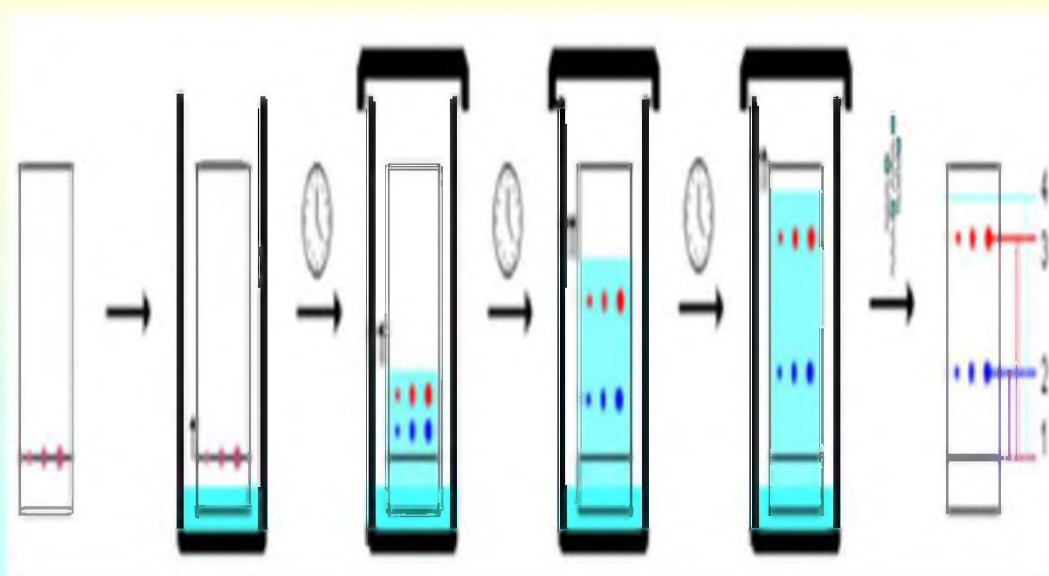
ЮССХ усулини олиб боришда фойдаланиладиган колонкаларга қўйидаги талаблар қўйилади:

1. моддаларни ажратиш даражаси
2. таҳлилни олиб бориш тезлиги
3. колонкани ишлатиш даражаси.



2-расм. Юқори самарали суюқлик хроматографининг тузилиш чизмаси.

ЮҚХ усулида хроматографик жараённинг схематик кўриниши



TESTLAR

1. Fizik kimyoviy tekshiruvda qanday ishora sizni qiziktirayotgan modda haqida ma'lumot beradi?
A. Toza tekshirilayotgan modda signali.
V. Moddalar signali.
S. o'xshash moddalar signali.
D. Tekshiriluvchi yot va uning o'rovidagi moddalar signali
2. Barcha yot va o'rovdagi moddalar umumiy signali ma'nosi qanday aniqlanadi?
A. Toza tekshiriluvchi modda signali o'lchanadi
V. Yot moddalar signallari o'lchanadi
S. o'rovdagi moddalar signallari o'lchanadi
D. Quruq tekshiriluvchi moddasiz tajriba signallari o'lchanadi
3. Fizik kimyoviy tahlillarda moddalarni ajratish va aniqlash qanday prinsipga asoslangan?
A. Moddani qo'zg'almas fazada eritish prinsipini qo'llab
V. Moddani ikki ,biri qo'zg'almas ikkinchisi qo'zg'aluvchi, fazalar orasida taqsimlanish.
S. Moddani qo'zg'aluvchi fazada eritish prinsipini qo'llab
D. Moddalarni organik erituvchilarda eritish usuli qo'llaniladi
4. Qaynashni boshlanish harorati deb qaysi harorat tushuniladi?
A. Qaynashni boshlanishi harorati deb yig'ib oluvchi idishga birinchi 15 tomchi yig'ilgandagi harorat tushuniladi
V. Qaynashni boshlanish harorati deb, yig'ib oluvchi idishga birinchi 10 tomchi yig'ilgandagi harorat tushuniladi.
S. Qaynashni boshlanishi harorati deb, yig'ib oluvchi idishga birinchi 5 tomchi yig'ilgandagi harorat tushuniladi.
D. Qaynashni boshlanishi harorati deb, yig'ib oluvchi idishga birinchi 20 tomchi yig'ilgandagi harorat tushuniladi.
5. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichini aniqlashni aytib bering.
A. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichi umumiy tarqalish tezligining tekshiriluvchi modda nur tarqatish tezligiga nisbatidir
V. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichi havodagi nur tarqalish tezligiga nisbatidir
S. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichi havodagi nur tarqalish tezligining toza erituvchidagi nur tarqalishi tezligiga nisbatidir
D. Solishtirma nur sinish ko'rsatkichi havodagi nur tarqalish tezligidir
6. Sorbsiya protsessiga tushuncha bering?
A. Sorbsiya shimuvchi yuzadan shimilgan gaz, par va suyuq moddalarni ajratishdir
V. Sorbsiya gaz, par va erigan moddalarni suyuq jism yuzasiga shimilishidir.
S. Sorbsiya gaz, par va erigan moddalarni qattiq jismlar butun hajmi buyicha shimilishidir
D. Sorbsiya gaz, par va erigan moddalarni qattiq va suyuq shimuvchilarga oddiy shimilishidir
7. Absorbsiya protsessini tushuntirib bering?
A. Absorbsiya gaz, par yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq fazalarga butun hajmi bo'yicha shimilishidir
V. Absorbsiya gaz, par yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikma hosil qilib shimilishidir
S. Absorbsiya qattiq sorbent g'ovaklarida por xolidagi moddalar shimilib suyuq faza hosil bo'lishidir
D. Absorbsiya moddalarni ikki qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar bo'ylab taqsimlanishidir

8. Sorbsiya protsessi nima bilan xarakterlanadi?.
- A. Statika va dinamika bilan
 - V. Kinetika va statika bilan
 - S. Dinamika, kinetika va taqsimlanish koeffitsienti bilan
 - D. Statika, dinamika va kinetika bilan.
9. Erituvchilar sistemasida maksimal ajratilish xolati qanday R_f orasida yuzaga kelishini ko'rsating.
- A. $R_f=0,2$
 - V. $R_f=0,3$
 - S. $R_f=0,4$
 - D. $R_f=0,5$
10. Qanday kattalikdagi sorbentlar moddalar aralashmasini sifat tahlilida ishlatiladi?.
- A. Zarrachalar kattaligi 5 - 10 mkm
 - V. Zarrachalar kattaligi 20 - 40 mkm
 - S. Zarrachalar kattaligi 5 - 40 mkm
 - D. Zarrachalar kattaligi 5 - 60 mkm
11. Mahkamlanmagan (sepilgan) qatlamli plastinkalar start nuqtasiga tomiziladigan tomchilar diametri qancha bo'lishi lozim?
- A. 2 mm
 - V. 4 mm
 - S. 6 mm
 - D. 5 mm
12. Xromatogrammani tahlilida xromatografik tekshiruvning qaysi parametrlari aniqroq ma'lumot beradi?.
- A. Xromatografik dog' diametri
 - V. Tekshiriluvchi modda dog'ining R_f qiymati
 - S. Standart modda dog'ining R_f qiymati
 - D. Tekshiriluvchi (aniqlanuvchi) modda dog'i R_f qiymatining standart modda dog'i R_f qiymatiga nisbatlash
13. Qanday moddalar rangli hisoblanadi?
- A. UF nur spektrlarini yutuvchi moddalar
 - V. IK nur spektrini yutuvchi moddalar
 - S. Elektromagnit nurlarini yutuvchi moddalar
 - D. Ko'rinadigan ranglar spektr nurlarini yutuvchi moddalar
14. IK spektr nurlari to'lqin uzunliklarini ko'rsating.
- A. 800 - 2500 nm.
 - V. 200 - 400 nm.
 - S. 400 - 700 nm.
 - D. 600 - 1000 nm.
15. Lambert Ber qonunini tushintirib bering.
- A. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi erigan modda konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional
 - V. Eritmalarning nur yutishi nur o'tayotgan qatlam qalinligiga bog'liq
 - S. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan nur intensivligiga bog'liq
 - D. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan elektromagnit to'lqinlari intensivligiga bog'liq

16. Fotometrik usulda modda konsentratsiyasini aniqlash formulasini ko'rsating.

$$A. S = \frac{D}{E_{1\%}^{1\text{cm}}} \cdot L$$

$$V. E_{1\%}^{1\text{cm}} = \frac{D}{C \cdot L}$$

$$S. L = \frac{D}{C \cdot E_{1\%}^{1\text{cm}}}$$

$$D. D = C \cdot L \cdot E_{1\%}^{1\text{cm}}$$

17. Molyar nur yutish ko'rsatkichiga tushuncha bering.

A. Molyar nur yutish ko'rsatkichi 100ml da eritilgan 1g moddaning 1sm qalinlikdagi erituvchi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.

V. Molyar nur yutish ko'rsatkichi moddaning 1molyarli eritmasining 1sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.

S. Molyar nur yutish ko'rsatkichi 100ml hajmda erigan 1g moddaning 2sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur yutish zichligi bilan o'lchanadi.

D. Molyar nur yutish ko'rsatkichi 1normalli modda eritmasining 1sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.

18. Fotometrik aniqlashdagi nisbiy xatolik qancha bo'lishi mumkin?.

A. 2%

B. 3%

C. 4%

D. 5%.

19. Polyarografik usulda moddalarni aniqlashga tavsif bering.

A. Polyarografik usul fotometrik tahlil usuli bo'lib, tekshiriluvchi moddaning flyuorisensiyalanishi rangi intensivligini aniqlashga asoslangan.

V. Polyarografik usul fotometrik tahlil usuli bo'lib, ultrabinafsha nurlar spektri intensivligini aniqlashga asoslangan.

S. Polyarografik usul fotometrik tahlil usuli bo'lib, infraqizil nurlar spektri quyuqligini aniqlashga asoslangan.

D. Polyarografik usul moddalarni mikro elektrodda elektron qaytarilishi yoki elektr oksidlanishi natijasida hosil bo'ladigan tokni aniqlashga asoslangan elektrokimyoviy tahlil usulidir.

20. Fotokolorometriya haqida tushuncha bering.

A. Fotokolorometriya ko'rinadigan ranglar monoxromatik spektr nurlarini yutilishini o'lchashga asoslangan.

V. Fotokolorometriya ko'rinadigan ranglar polixromatik spektr nurlarini yutilishini o'lchashga asoslangan.

S. Fotokolorometriya ko'rinadigan ranglar, ultrabinafsha va infraqizil nurlarni monoxromatik spektr nurlari yutilishini o'lchashga asoslangan.

D. Fotokolorometriya flyuorissensiyalanuvchi nurlar quyuqligini o'lchashga asoslangan.

21. Gazsuyuqlik xromatografiyasi haqida tushincha bering.

A. Gaz suyuqlik xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida qattiq jism qo'llaniladi.

V. Gaz suyuqlik xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida suyuqlik qo'llaniladi.

S. Gaz suyuqlik xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida qattiq jism, qo'zg'almas faza sifatida gaz yoki por qo'llaniladi.

D. Gaz suyuqlik xromatografiyada qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas faza sifatida qattiq jismlar qo'llaniladi.

22. Differensial detektorlar nimani yozib oladi?

A. Ko'zg'aluvchi gaz(tashuvchi gaz)konsentratsiyasini yozib oladi.

V. Ko'zg'aluvchi gaz tezligini yozib oladi.

S. Suyuq qo'zg'almas faza konsentratsiyasini yozib oladi.

D. Qo'zg'aluvchi gazdagi tarkibiy qism konsentratsiyalarini yozib oladi.

23. Xromotogrammadagi nol chizig'i nimani izohlaydi?

A. Tekshiriluvchi moddani kolonkadan chiqishini

V. Toza qo'zg'aluvchi gazning kolonkadan chiqishini

S. Suyuq qo'zg'almas fazaning kolonkadan chiqishini

D. Tekshiriluvchi tarkib va suyuq fazaning kolonkadan chiqishini

24. Xromatografik cho'qqi balandligi nimaga bog'liq?

A. Xromatografik cho'qqi balandligi kolonkadan ajralib chiqayotgan modda konsentratsiyasiga bog'liq.

V. Xromatografik cho'qqi balandligi toza qo'zg'aluvchi gaz konsentratsiyasiga bog'liq.

S. Xromatografik cho'qqi balandligi qo'zg'almas suyuq faza konsentratsiyasiga bog'liq.

D. Xromatografik cho'qqi balandligi kolonkadagi haroratga bog'liq.

25. Xromatografik cho'qqi balandligiga tushuncha bering.

A. Xromatografik cho'qqi balandligi deb uning eng yuqori uchidan asosigacha bulgan masofaning yarim o'lchami tushiniladi.

V. Xromatografik cho'qqi balandligi deb uning eng yuqori uchida asosigacha bo'lgan masofa o'lchami tushiniladi.

S. Xromatografik cho'qqi balandligi deb cho'qqi balandligining teng yarimida cho'qqi konturiga qo'yilgan nuqtalar orasidagi masofa tushiniladi.

D. Xromatografik cho'qqi balandligi deb nol chizig'i bo'ylab cho'qqi uchi tomon egilgan nuqtalar orqali o'tkazilgan tegma chiziq hosil qilgan bo'lak tushiniladi.

26. Xromatografik cho'qqi maydoni haqida tushuncha bering.

A. Xromatografik cho'qqi maydoni deb uning eng yuqori uchidan asosigacha masofaning yarim o'lchami tushiniladi.

V. Xromatografik cho'qqi maydoni deb uning eng yuqori uchida asosigacha bo'lgan masofa o'lchami tushiniladi.

S. Xromatografik cho'qqi maydoni deb cho'qqi balandligining teng yarimida cho'qqi konturiga qo'yilgan nuqtalar orasidagi masofa tushiniladi.

E. Xromatografik cho'qqi maydoni deb cho'qqi va asos orasidagi maydon tushiniladi.

27. Gaz xromatografik taxlilida umumiy ushlanish vaqti haqida tushuncha bering.

A. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilganda xromatografik cho'qqi maksimumi hosil bo'lgungacha o'tgan vaqt

V. Shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumidan aniqlanuvchi namuna cho'qqisi maksimumigacha o'tgan vaqt

S. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumi hosil bo'lguncha o'tgan vaqt

D. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan xromatografik tekshiruv tugaguncha o'tgan vaqt

28. Qaysi sharoitlarda xromatografik taqsimlanishdan hosil bo'lgan ushlanish vaqti kattaligi modda uchun xususiy bo'ladi?

- A. Xromatografik taqsimlanish bir xil, ya'ni kolonka uzunligi, kolonka to'ldirilishi qo'zg'aluvchi gaz tezligi o'zgarmagan sharoitda
 V. o'zgarmagan sharoitda, ya'ni kolonka uzunligi qo'zg'aluvchi gaz fazasi tezligi va harorat o'zgarmagan sharoitda
 S. Kolonka uzunligi, uning to'ldirilishi, harorat va qo'zg'aluvchi gaz fazasi tezligi o'zgarmagan sharoitda
 D. Kolonka uzunligi, uning to'ldirilishi va harorat o'zgarmagan sharoitda
29. Taqsimlanish chegarasi (kriteriya) qaysi formula yordamida aniqlanadi?
 A. $K_1 = VR/M_{0,5}(1) + M_{0,5}(2)$
 V. $K_1 = VR_1 VR_2 / M_{0,5}(1) M_{0,5}(2)$
 S. $K_1 = VR_2 + VR_1 / M_{0,5}(1) + M_{0,5}(2)$
 D. $K_1 = VR * M_{0,5}$
30. Teoretik taqsimcha ekvivalent balandlik TTEB(H) qanday aniqlanadi?
 A. TTEB kolonka uzunligining teoretik taqsimchalar soniga (N) nisbati bilan $H = L/N$
 V. TTEB teoretik taqsimcha kolonka uzunligiga nisbati bilan $H = N/L$
 S. TTEBni aniqlanuvchi namuna yuborilgan nuqtadan xromatografik cho'qqi balandligi-gacha masofani xromatografik cho'qqi asosi oralig'iga nisbati bilan $H = X/Y$
 D. TTEBni aniqlanish quyidagi formula bo'yicha $H = (X/Y)^2 * 16$
31. Nasadkali kolonkada ko'p hollarda qo'llaniladigan parametrlarni ko'rsating.
 A. Uzunligi 0,5 dan 3m gacha, ichki diametr 3 dan 10mm gacha
 V. Uzunligi 1 dan 5m gacha, ichki diametr 5 dan 10mm gacha
 S. Uzunligi 50m gacha, ichki diametr 10 dan 15mm gacha
 D. Uzunligi 100m gacha, ichki diametr 15 dan 20mm gacha
32. Gaz suyuqlik xromatografiyasining effektivligini kanday amalga oshirish mumkin?
 A. Fizik usullarini birgalikda qo'llab
 B. Kimyo reaksiyalarni birgalikda qo'llab
 C. Kog'oz xromatografiyasini birgalikda qo'llab
 D. Gel xromatografiyasini birgalikda qo'llab
33. Gaz xromatografiyasi yordamida miqdor tahlili qaysi moddalar uchun qo'llaniladi?
 A. Olifenlar miqdori aniqlanadi; aralashmadagi faqat bitta komponent miqdori aniqlanadi
 V. Aralashmadagi bitta komponent yoki barcha komponentlar miqdori aniqlanadi
 S. Aralashmadagi bitta, bir nechta yoki barcha komponentlar miqdorini aniqlanadi, mikro kushimchalar miqdori aniqlanadi
 D. Aralashmadagi bitta, bir nechta va barcha komponentlar miqdori; yakka aniq moddalar va turli sharoitlardagi mikro qo'shimchalar miqdori; aralashmaning umumiy tarkibi aniqlanadi
34. Absolyut kolibr lash usuliga xarakteristika bering.
 A. O'lchab olingan asosiy namunaga, aniq ma'lum miqdordagi standart modda aralashtiriladi
 V. Moda namunasi saqlagan xromatogramma chizmasi cho'qqisi maydonining, uning balandligiga nisbatiga asoslanib grafik tuziladi
 S. Aniqlanuvchi aralashmalardan xromatogramma olinadi va barcha chizilgan cho'qqilar maydoni aniklangach, har bir komponent alohida hisoblanadi
 D. Aniqlash planimetriya usulida olib boriladi
35. Gaz xromatografiyasida detektorlarning funksiyalarini ko'rsating.
 A. Qo'zg'aluvchi gaz oqimi tezligini o'lchashda
 V. Kolonkada doimiy harorat hosil qilish uchun qo'llaniladi

- S. Aralashmadagi ajratilgan komponentlarni yozib oladi va ularni har birini miqdorini aniqlaydi
D. Aralashmadagi har bir komponentni miqdorini aniqlaydi

36. Katorometrning ishlash prinsipini ko'rsating.

- A. Organik moddalarning vodorod alangasida yonishida ionlar hosil bo'ladi, ionlar hisobiga ion toki yuzaga chiqib uni detektorda o'lchashga asoslangan
V. Tekshiriluvchi moddaning radioaktiv nurlanishi hisobiga bir xil nomdagi elektronlar erkin elektronlarni o'ziga tortadi va shuni hisobiga tokning pasayishiga olib keladi

S. O'tkazgichning elektr qarshiligini o'lchash atrof muhitning issiqlik o'tkazuvchanligiga bog'liqligiga asoslangan prinsip

D. O'tkazgichning elektr qarshiligini o'lchash atrof muhitning elektr o'tkazuvchanligiga bog'liqligiga asoslangan prinsip

37. Modda konsentratsiyasi va shu moddaning biron-bir signali orasida qanday bog'liqlik bor?.

- A. To'g'ri proporsionallik
V. Teskari proporsionallik
S. Hech qanday bog'liqlikka ega emas
D. Past konsentratsiyada to'g'ri, konsentratsiya ortishi bilan teskari proporsional

38. Siz qanday fizik-kimyoviy tahlillar usullarini bilasiz?.

- A. Fotometriya, xromotografiya turlari, moddalar fizik konstantlarini aniqlash mikrokristallik reaksiyalar
V. Fotometriya, xromatografiya turlari, UB, YAMR, IK va Masspektroskopiya, radiometriya, polyarografiya
S. Spetrofotometriya, gaz xromatografiyasi, YAMR, cho'ktirish reaksiyalari, suyuqlanish va qaynash haroratlarini aniqlash
D. Moddalar fizik konstantlarini aniqlash, makro va mikrokimyoviy reaksiyalar

39. Suyuqlanish haroratini aniqlash ta'rifini ko'rsating.

- A. Suyuqlanish harorati bu modda suyuqlana boshlagandagi harorat, ya'ni birinchi tomchi suyuq modda hosil bo'lgan harorat
V. Suyuqlanish harorati modda to'liq suyuqlanib bo'lgandagi, ya'ni modda to'liq suyuq xolatga o'tgandagi haroratdir
S. Suyuqlanish harorati modda suyuqlana boshlagandagi harorat va to'liq suyuqlanib bo'lgandagi (suyuqlanish tugagandagi) haroratlar intervalidir.
D. Suyuqlanish harorati modda tulik suyuqlikka aylanishi va to'liq porga aylanish haroratlari intervalidir

40. Qaynashning oxirgi harorati deganda qaysi harorat tushuniladi?.

- A. Yig'ib oluvchi idishga 25% suyuqlik yig'ilgandagi harorat qaynashdagi oxirgi harorat deb tushuniladi.
V. Yigib oluvchi idishga 50% suyuqlik yig'ilgandagi harorat qaynashdagi oxirgi harorat deb tushuniladi.
S. Yig'ib oluvchi idishga 75% suyuqlik yig'ilgandagi harorat qaynashdagi oxirgi harorat deb tushuniladi.
D. Yig'ib oluvchi idishga 95% suyuqlik yig'ilgandagi harorat qaynashdagi oxirgi harorat deb tushuniladi.

41. Nur sinish ko'rsatkichi bo'yicha modda konsentratsiyasini aniqlash nimalarga asoslangan?.

- A. Nur sinish koeffitsienti va konsentratsiyasi to'g'ri chiziqli bog'liqlikka asoslangan usul
V. Modda konsentratsiyasini grafik bo'yicha aniqlash usuli

- S. Modda konsentratsiyasini kontrol modda bo'yicha aniqlashga asoslangan usul
D. Modda konsentratsiyasini UB nurlar yutilishini aniqlashga asoslangan usul

42. Siz qanday sorbsiya protsesslarini bilasiz?

- A. Adsorbsiya, absorbsiya, kapillyar kondensatsiya (to'planish)
V. Absorbsiya, kapillyar kondensatsiya, xemosorbsiya
S. Adsorbsiya, xemosorbsiya, kapillyar kondensatsiya
D. Adsorbsiya, absorbsiya, xemosorbsiya, kapillyar kondensatsiya

43. Xemosorbsiya protsessini tushuntirib bering.

- A. Xemosorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq fazalarga butun hajmi bo'yicha shimilishidir
V. Xemosorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikma hosil qilib shimilishidir
S. Xemosorbsiya qattiq sorbent g'ovaklarida por xolidagi moddalar shimilib suyuq faza hosil bo'lishidir
D. Xemosorbsiya moddalarni ikki qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar bo'ylab taqsimlanishidir.

44. Sorbsiyaning statikasini tushuntirib bering.

- A. Sorbsiya statikasi sorbsiyanish protsessi xolatini, ya'ni massa birligidagi sorbentga shimilgan modda miqdorini o'rganadi
V. Sorbsiya statikasi sorbsiyanish protsessidagi tenglik xolatini, ya'ni massa yoki hajm birligida sorbentga shimilgan modda miqdorini o'rganadi
S. Sorbsiya statikasi sorbsiyanish protsessidagi tenglik xolatini, ya'ni massa yoki hajm birligida sorbentga aniq bosim va haroratda shimilgan modda miqdorini o'rganadi
D. Sorbsiya statikasi sorbsiyanish protsessida hajm birligidagi sorbentga aniq bosim ta'sirida shimilgan modda miqdorini o'rganadi

45. Yupqa qatlamli xromatografik usulning qanday jihatlarini bilasiz?

- A. Modda va aralashmalar sifat tahlilida qo'llanadi
V. Modda aralashmalari miqdoriy tahlilida qatnashadi
S. Aniq modda komponentini ajratish qo'llanadi
D. Modda va aralashmalarni sifat va miqdoriy tahlilida qo'llash

46. Qanday optimal kattalikdagi zarrachalar mahkamlanmagan (yopishtirilmagan) qatlamli plastinkalar tayyorlashda qo'llaniladi?

- A. 0,020 mm
V. 0,10 mm
S. 0,0050 mm
D. 0,090 mm

47. Yupqa qatlam xromatografiyasida plastinka asosidan start chizig'igacha masofasi qancha bo'lishi lozim?

- A. 0,52 sm
V. 1,9 sm
S. 1,4 sm
D. 2,6 sm

48. O'z xarakteriga ko'ra xatoliklar qaysi guruxlarga bo'linadi?

- A. Sistematik, tasodifiy
V. Tasodifiy, adashish
S. Sistematik, tasodifiy, adashish

D. Tasodifiy, sistematik va ishlatilayotgan pribor xatoligi

49. Ko'rinadigan ranglar spektr nurlari to'liq uzunliklarini ko'rsating?

A. 800-3000 nm.

V. 200-400 nm.

S. 400-700 nm.

D. 600-1000 nm.

50. Eritmalarning nur yutishi qanday umumiy qonunga asoslanadi?

A. Nur yutishning Buger-Lambert-Ber qonuniga

V. Nur yutishning Buger-Lambert qonuniga

S. Nur yutishning Lambert-Ber qonuniga

D. Nur yutishnin Buger-Ber qonuniga

51. Buger-Lambert-Ber nur yutilishi qonunini tushintirib bering.

A. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi erigan modda konsentratsiyasiga tugri proporsional

V. Eritmalarning nur yutishi nur o'tayotgan qatlam qalinligiga bog'liq

S. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan nur intensivligiga bog'liq

D. Eritmalar nur yutishi erigan modda konsentratsiyasiga va qatlam qalinligiga to'g'ri proporsional

52. Spektrofotometrik usulda modda konsentratsiyasini aniqlash da qaysi optik zichlik intervali optimal hisoblanadi.

A. Eritmaning optik zichligi 0,30 bo'lsa

V. Eritmaning optik zichligi 0,10 bo'lsa

S. Eritmaning optik zichligi 0,20 bo'lsa

D. Eritmaning optik zichligi 0,50 bo'lsa

53. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichidan molyar ko'rsatkichga o'tkazish uchun eng to'g'ri formulani ko'rsating.

A. $E^{1sm}_{1\%} = E * 10 / M$

V. $M = E * 10 / E^{1sm}_{1\%}$

S. $E = E^{1sm}_{1\%} * M / 10$

D. $D = E * d$

54. Flyuorimetrik tahlil usuliga tushuntirish bering.

A. Flyuorimetriya fotometrik tahlil usuli bo'lib, tekshiriluvchi moddaning flyuoressensiyalanishi rangi intensivligini aniqlashga asoslangan.

V. Flyuorimetriya fotometrik tahlil usuli bo'lib, ultrabinafsha nurlar spektri intensivligini aniqlashga asoslangan.

S. Flyuorimetriya fotometrik tahlil usuli bo'lib, infraqizil nurlar spetri quyuqligini aniqlashga asoslangan.

D. Flyuorimetriya fotometrik tahlili usuli bo'lib, ko'rinadigan ranglar intensivligini aniqlashga asoslangan.

55. Spektr nurni yutish haqida tushuncha bering.

A. Nur yutilishi va tekshiriluvchi modda eritmasi konsentratsiyasi bilan bog'liq.

V. Nur yutilishi nur yutuvchi modda eritmasi qatlami qalinligi bilan bog'liq.

S. Nur yutilishi tekshiriluvchi modda eritmasining nurlanish to'liq uzunligi bilan bog'liq.

D. Nur yutilishi tekshiriluvchi modda eritmasining flyuoressensiyalanish rangi intensivligi bilan bog'liq.

56. Moddalar miqdori fotometrik aniqlashda qanday tahlil usullari qo'llaniladi?

A. Nur yutish koeffitsienti bo'yicha, solishtirish, qo'shish usuli, grafik yordamida aniqlash.
V. Nur yutish koeffitsienti bo'yicha, qo'shish usuli, grafik yordamida aniqlash, differensiyalash usuli, ekstraksionfotometrik usul

S. Nur yutish koeffitsienti, solishtirish usuli, qo'shish usuli, grafik bo'yicha aniqlash, differensiyalash usuli, ekstraksion- fotometrik usul

D. Differensiyalash usuli, ekstraksion-fotometrik usul, grafik bo'yicha aniqlash usullari

57. Taqsimlanish koeffitsenti haqida tushuncha bering.

A. Taqsimlanish koeffitsienti qo'zg'aluvchi fazadagi modda molyar konsentratsiyasini qo'zg'almas fazadagi konsentratsiyasiga nisbatidir.

V. Qo'zg'almas fazada taqsimlangan modda molekula og'irligining qo'zg'aluvchi fazadagi konsentratsiyaga nisbatidir.

S. Taqsimlanish koeffitsenti qo'zg'almas fazadagi modda konsentratsiyasining qo'zg'aluvchi fazadagi konsentratsiyaga nisbatidir.

D. Taqsimlanish koeffitsienti $S_n = K \cdot S_n$ formula bilan aniqlanadi.

58. Integral detektorlar nimalarni yozib oladi?

A. Qo'zg'aluvchi gaz(tashuvchi gaz)konsentratsiyasini yozib oladi.

V. Qo'zg'aluvchi gaz tezligini yozib oladi.

S. Suyuq qo'zg'almas faza konsentratsiyasini yozib oladi.

D. Tajriba boshidan ajralayotgan tarkibiy qismlar umumiy miqdorini doimiy yozib oladi.

59. Xromatogrammadagi cho'qqi chiziqlar nimani izohlaydi?

A. Xromatogrammadagi cho'qqi chiziqlar kolonkadan chiqayotgan toza qo'zg'aluvchi gazni izohlaydi.

V. Xromatogrammadagi cho'qqi chiziqlar kolonkadan chiqayotgan suyuq fazani ifodalaydi.

S. Xromatogrammadagi cho'qqi chiziqlar kolonkadan suyuq faza va toza qo'zg'aluvchi gazni izohlaydi.

D. Xromatogrammadagi cho'qqi chiziqlar kolonkadan ajralgan modda tarkiblarini izohlaydi.

60. Xromatografik cho'qqi maydoni yuzasi nimaga bog'liq?

A. Xromatografik cho'qqi yuzasi kolonkadan ajralib chiqayotgan modda konsentratsiyasiga bog'liq.

V. Xromatografik cho'qqi yuzasi toza qo'zg'aluvchi gaz konsentratsiyasiga bog'liq.

S. Xromatografik cho'qqi yuzasi qo'zg'aluvchi suyuq faza konsentratsiyasiga bog'liq.

D. Xromatografik cho'qqi yuzasi kolonkadagi xaroratga bog'liq

61. Xromatografik cho'qqi balandligi haqida tushuncha bering.

A. Xromatografik cho'qqi balandligi deb uning eng yuqori uchidan asosigacha masofaning yarim o'lchami tushiniladi.

V. Xromatografik cho'qqi balandligi deb uning eng yuqori uchida asosigacha bo'lgan masofa o'lchami tushiniladi.

S. Xromatografik cho'qqi balandligi deb cho'qqi balandligining teng yarimida cho'qqi konturiga qo'yilgan nuqtalar orasidagi masofa tushiniladi.

D. Xromatografik cho'qqi balandligi deb nol chizig'i bo'ylab cho'qqi uchi tomon egilgan nuqtalar orqali o'tkazilgan tegma chiziq hosil qilgan bo'lak tushiniladi.

62. Xromatografik cho'qqi yuzasi amaliyotda qanday hisoblanadi?.

A. Planimetrik usulda

V. Qirqib olish yuli bilan

S. Qirqib olingan yuzani tortish yo'li bilan

D. Uchburchak yuzasini aniqlash bilan $S = 1/2h \cdot M$

63. Haqiqiy ushlanish vaqti haqida tushuncha bering.

A. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan xromatografik cho'qqi maksimumi hosil bulgungacha o'tgan vaqt

V. Shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumidan aniqlanuvchi namuna cho'qqisi maksimumigacha o'tgan vaqt

S. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumi hosil bo'lguncha o'tgan vaqt

D. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan xromatografik tekshiruv tugaguncha o'tgan vaqt

64. Gaz suyuqlik xromatografiyasidi modda porlarining taqsimlanish imkoniyatlari qaysi faktorlar bilan aniqlanadi?

A. Taqsimlanish koeffitsienti va taqsimlanish darajasi bilan

V. Taqsimlanish koeffitsienti bilan

S. Taqsimlanish darajasi bilan

D. Taqsimlanish koeffitsienti, taqsimlanish darajasi va kolonka effektivligi bilan

65. Xromatogrammadagi teoretik taqsimchalar soni (N) ni qanday aniqlanadi?

A. Quyidagi tenglama bilan $N=16(XY)^3$, X tahlilda yuborilgan nuqtadan chiziq cho'qqisi maksimumigacha bo'lgan masofa

V. Quyidagi tenglama bilan $N=16(X/Y)^2$

S. Quyidagi tenglama bilan $N=16(Y/X)^3$

D. Quyidagi tenglama bilan $N=16(Y+X)^2$

66. GSX da ruxsat etilgan nisbiy xatolik foizini ko'rsating.

A. $\pm 15\%$

V. $\pm 12\%$

S. $\pm 5\%$

D. $\pm 3\%$

67. Mikronasadkali kolonkada ko'p xollarda qo'llaniladigan parametrlarni ko'rsating.

A. Uzunligi 0,5 dan 3sm gacha, ichki diametr 3 dan 10mm gacha

V. Uzunligi 1 dan 5m gacha, ichki diametr 5 dan 10mm gacha

S. Uzunligi 510m gacha, ichki diametr 10 dan 15mm gacha

D. Uzunligi 1000m gacha, ichki diametr 0,6 dan 1,0mm gacha

68. GSX da nima maqsadda kimyo reaksiyalardan foydalaniladi?

A. Modda strukturasi aniqlash uchun

V. GSX da modda tahlilini aniqlab bo'lmaydigan xolatlarda

S. GSX da modda tahlilini aniqlab bo'lmaydigan xolatlarda; qiyin echimli analitik masalalarni oddiyroqqa o'tkazishda

D. GSX da modda sifatini anik aniqlab bulmaydigan xolatlarda; kiyin echimli analitik masalalarni oddiyroqqa o'tkazishda; fizik konstantalarni aniqlashda

69. Qaysi usullar gaz xromatografiyasi amaliyotida modda miqdorini aniqlash uchun ko'p qo'llaniladi?

A. Ichki standartlash usuli va absolyut kolibrovka

V. Ichki standartlash usuli va ichki normallashtirish

S. Ichki standartlash va absolyut kolibrovka va ichki tenglashtirish

70. Ichki (normallashtirish) tenglashtirish usuliga xarakteristika bering.

A. olingan asosiy namunaga, aniq ma'lum miqdordagi standart modda aralashtiriladi

- V. Modda namunasi saqlagan xromatogramma chizmasi cho‘qqisi maydonining, uning balandligiga nisbatiga asoslanib grafik tuziladi
- S. Aniqlanuvchi aralashmalardan xromatogramma olinadi va barcha chizilgan cho‘qqilar maydoni aniqlangach, har bir komponent alohida hisoblanadi
- D. Aniqlash planimetriya usulida olib boriladi
71. Differensial detektorlar qanday qismlarga bo‘linadi?.
- A. Konsentratsion va yondirib ionizatsiyalovchi
- V. Konsentratsion va okimli
- S. Oqimli va yondirib ionizatsiyalovchi
- D. Konsentratsion va termokimyoviy
72. Yonuvchi-ionizatsion detektorlarning ishlash prinsipini ko‘rsating.
- A. Organik moddalarning vodorod alangasida yonishida ionlar hosil bo‘ladi, ionlar hisobiga ion toki yuzaga chiqib uni detektorda o‘lchashga asoslangan
- V. Tekshiriluvchi moddaning radioaktiv nurlanishi hisobiga bir xil nomdagi elektronlar erkin elektronlarni o‘ziga tortadi va shuni hisobiga tokning pasayishiga olib keladi
- S. o‘tkazgichning elektr qarshiligini o‘lchash atrof muhitning issiklik o‘tkazuvchanligiga bog‘liqligiga asoslangan prinsip
- D. o‘tkazgichning elektr qarshiligini o‘lchash atrof muhitning elektr o‘tkazuvchanligiga bog‘liqligiga asoslangan prinsip
73. Fon signali nima.
- A. Toza tekshiriluvchi modda signali
- V. Toza tekshiriluvchi va yot moddalar
- S. Yot va atrofidagi moddalar signallari
- D. Toza tekshiruvchi modda va o‘xshash moddalar signallari
74. Tekshirishda qaysi maqsadda ayrim moddalarni maskirovka (bekitish) qilinadi.
- A. Tekshiriluvchi modda signallarini aniqlashga halaqitini yo‘qotish maqsadida
- V. Yot moddalar signallarini aniqlash
- S. O‘rovdagi moddalar signallarini yo‘qotish maqsadida
- D. Yot va urovdagi moddalar signallarini aniqlash maqsadida
75. Moddalarni haydalish harorati chegarasini aniqlashning ta’rifini ko‘rsating.
- A. Haydalish haroratlari chegarasi deganda, normal bosim 101,3 kPa da olingan moddalarni qaynay boshlash va to‘liq qaynashi haroratlari orasidagi farq oralig‘i tushuniladi
- V. Normal bosimda 101,3 kPa da olingan modda qaynashini boshlanish harorati tushuniladi
- S. Normal bosim 101,3 kPa da olingan modda to‘liq qaynashga utish haroratidir
- D. 780 mm simob ustunida olingan moddani qaynay boshlash va tulik qaynab bo‘lishi haroratlari orasidagi farq oralig‘i xaydash haroratlari chegarasidir
76. Absolyut nur sinish ko‘rsatkichini aniqlashtirib bering.
- A. Absolyut nur sinish ko‘rsatkichi bu nur tarqalish tezligining tekshiriluvchi moddadagi nur tarqalish tezligiga nisbatidir
- V. Absolyut nur sinishi ko‘rsatkichi vakuumdagi nur tarqalish tezligining tekshiriluvchi moddadagi nur tarqalishi tezligiga nisbatidir
- S. Absolyut nur sinishi ko‘rsatkichi vakuumdagi nur tarqalishi tezligining toza erituvchidagi nur tarqalishi tezligiga nisbatidir
- D. Absolyut nur sinishi ko‘rsatkichi vakuumdagi nur tarqalishi tezligidir.

77. Optik aylanish (polyarimetriya) bo'yicha aniqlashni tushuntiring.

A. Optik aylanish vakuumdagi nur tarqalish tezligining tekshiriluvchi moddadaagi nur tarqalish tezligiga nisbatidir

V. Optik aylanish (polyarizatsion) moddaning qutblanuvchi yuzadan qutblangan nurni o'tkazish davridagi aylantirish xususiyatidir

S. Optik aylanish moddaning qutblanuvchi yuzadan nur utish davridagi aylantirish xususiyatidir

D. Optik aylanish moddaning nur yuzasidan ultrabinafsha nur o'tishi davridagi aylantirish xususiyatidir

78. Adsorbsiya protsessini tushuntirib bering.

A. Adsorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq fazalarga butun hajmi bo'yicha shimilishidir

V. Adsorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni kattik yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikma hosil kilib shimilishidir

S. Adsorbsiya qattiq sorbent g'ovaklarida por xolidagi moddalar shimilib suyuq faza hosil bo'lishidir

D. Adsorbsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq va suyuq jismlar yuzasi bo'ylab shimilishidir.

79. Kapillyar kondensatlanish protsessini tushuntirib bering.

A. Kapillyar kondensatsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq fazalarga butun hajmi buyicha shimilishidir

V. Kapillyar kondensatsiya gaz, por yoki erigan moddalarni qattiq yoki suyuq sorbentlar bilan kimyoviy birikma hosil qilib shimilishidir

S. Kapillyar kondensatsiya qattiq sorbent g'ovaklarida por xolidagi moddalar shimilib suyuq faza hosil bo'lishidir

D. Kapillyar kondensatsiya moddalarni ikki qo'zg'almas va qo'zg'aluvchan fazalar bo'ylab taqsimlanishidir

80. Sorbsiya kinetikasini tushuntirib bering.

A. Sorbsiya kinetikasi sorbsiyalanish protsessidagi tenglik xolatni, ya'ni massa yoki hajm birligidagi sorbentga aniq bosim va harorat ta'sirida shimilgan modda miqdorini o'rganadi

V. Sorbsiya kinetikasi sorbsiyalanish protsessi tezligini o'rganadi, u haroratga bog'liq.

S. Sorbsiya kinetikasi sorbsiyalanish protsessidagi qo'zg'almas va kuzgaluvchan fazalar orasidagi tenglik xolatini o'rganadi.

D. Sorbsiya kinetikasi sorbsiyalanish protsessidagi massa birligidagi sorbentda shimilgan modda miqdorini o'rganadi.

81. yupqa qatlamli sorbentda xromatografiyalash qanday jarayonlardan tarkib topadi.

A. yupqa qatlamli yuzani tayyorlash, namuna tayyorlash, namunani yupqa qatlam yuzaga o'tkazish, xromatografik taqsimlanishini o'tkazish, xromatogrammani aniqlash, natijalarni sharxlash va xromatogrammani yozib qo'yish

V. yupqa qatlam yuzani tayyorlash, namuna tayyorlash, xromatografik taqsimlanishni o'tkazish, xromatogrammani aniqlash, natijalarni sharxlash va xromatogrammani yozib qo'yish

S. yupqa qatlamli yuzani tayyorlash, namuna tayyorlash, namunani yupqa qatlam yuzaga o'tkazish, xromatografik taqsimlanishni o'tkazish, natijalarni sharxlash va xromatogrammani yozib kuyish

D. namunani tayyorlash, namunani yupqa qatlam yuzaga o'tkazish, xromatografik taqsimlanishni o'tkazish, xromatogrammani aniqlash, natijalarni sharxlash va xromatogrammani yozib qo'yish

82. Mahkamlangan qatlamli plastinkalar start nuqtasiga tomiziladigan tomchilar diametri qancha bo'lishi lozim?

A. 2 mm.

- V. 4 mm.
- S. 6 mm
- D. 8 mm

83. Rf qiymatning to'g'ri ta'rifini toping?

- A. Rf erituvchi ko'tarilgan chiziq(front)va start oralig'idagi o'lcham tushiniladi
- V. Rf modda dog'i markazi va start oralig'idagi o'lchami tushiniladi
- S. Rf erituvchi ko'tarilgan front chizig'i va start o'lchamining, modda dog'i markazi va start chizig'i o'lchamiga nisbatidir
- D. Rf modda dog'i markazidan startgacha bulgan o'lchamning erituvchi fronti va start oralig'i o'lchamiga nisbatidir

84. Sistematik xatoliklar nimalarga bo'linadi?

- A. Doimiy va vaqtinchalik
- V. Tasodifiy va doimiy
- S. Tasodifiy va adashish
- D. Doimiy va adashish

85. UF spektr nurlari to'lqin uzunliklarini ko'rsating

- A. 800-2500 nm.
- V. 200-400 nm.
- S. 400-700 nm.
- D. 600-1000 nm
- E. 200-700 nm.

86. Buger qonunini tushuntirib bering

- A. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi erigan modda konsentratsiyasiga to'g'ri proporsional
- V. Eritmalarning nur yutishi nur o'tayotgan qatlam qalinligiga bog'liq
- S. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan nur intensivligiga bog'liq
- D. Eritmalarning nur yutishi eritmadagi moddaga tushayotgan elektromagnit to'lqinlari intensivligiga bog'liq

87. Optik zichlikning erigan modda konsentratsiyasi va nur o'tayotgan qatlam qalinligiga bog'liqligini aniqlovchi eng to'g'ri formulani aniqlang.

- A. $S=D/E_{1cm} 1\% \cdot L$
- V. $E_{1cm} 1\% =D/C \cdot L$
- S. $L=D/C \cdot E_{1cm} 1\%$
- D. $D=C \cdot L \cdot E_{1cm} 1\%$

88. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichiga tushuncha bering.

- A. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 100ml da eritilgan 1g moddaning 1sm qalinlikdagi erituvchi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.
- V. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi moddaning 1molyarli eritmasining 1sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.
- S. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 100ml hajmda erigan 1g moddaning 2sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur yutish zichligi bilan o'lchanadi.
- D. Solishtirma nur yutish ko'rsatkichi 1normalli modda eritmasining 1sm qalinlikdagi qatlamidan o'tgan nur optik zichligi bilan o'lchanadi.

89. Spektrofotometrik aniqlashdagi nisbiy xatolik qancha bo'lishi mumkin?.

- A. 1%
- V. 2%

- S. 3%
- D. 4%

90. Flyuorimetrik analiz usulining nisbiy xatoliklarini ko'rsating.

- A. 13%
- V. 35%
- S. 58%
- D. 25%

91. Moddalarning nur yutishi spektri nima bilan xarakterlanadi?

- A. Maksimum o'lchamiga muvofiq to'liq uzunligida aniq spektr chiziqlarga egaligi bilan xarakterlanadi.
- V. Spektr nur yutishi, spektrning umumiy maydoni bilan xarakterlanadi.
- S. Spektr nur yutishi spektral egri chiziq bo'rtmasi balandligi to'liq uzunligi bilan o'lchanadi.
- D. To'liq uzunligi bilan xarakterlanadigan spektr chiziqlari bilan xarakterlanadi.

92. Gaz-adsorbsion xromatografiyasi haqida tushuncha bering.

- A. Gaz-adsorbsion xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida qattiq jism qo'llaniladi.
- V. Gaz-adsorbsion xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida gaz, qo'zg'almas faza sifatida suyuqlik qo'llaniladi.
- S. Gaz-adsorbsion xromatografiyada qo'zg'aluvchi faza sifatida qattiq jism, qo'zg'almas faza sifatida gaz yoki por qo'llaniladi.
- D. Gaz-adsorbsion xromatografiyada qo'zg'aluvchi va qo'zg'almas faza sifatida qattiq jismlar qo'llaniladi.

93. Gaz xromatograf qurilmasining asosiy qismlarini ko'rsating.

- A. Manometrli gaz baloni, dozator, xromatografik kolonkalar, detektor, registrator.
- V. Manometrli gaz baloni, xromatografik kolonka, termostat, detektor, registrator.
- S. Monometrli gaz baloni, dozator, xromatografik kolonka, registrator.
- D. Monometorli gaz baloni (yoki boshqa gaz manbalari), dozator, xromatografik kolonka, termostat, detektor, registrator (potensiometr).

94. Gaz xromatografiyasida yozilgan xromatogramma xakida tushuncha bering.

- A. Xromatogramma detektorga kelayotgan signal kuchini aks ettiruvchi kolonkadan o'tayotgan qo'zg'aluvchi gaz hajmiga va vaqtga bog'liqligini grafik ko'rsatkichi
- V. Xromatogramma kolonkadan utayotgan toza qo'zg'aluvchi gazning grafik ko'rsatkichi
- S. Xromatogramma kuzgaluvchi gazning qo'zg'almas fazaga nisbatan nisbiy grafik ko'rsatkichi
- D. Xromatogramma kuzgaluvchi gazning qo'zg'aluvchi fazaga nisbatan nisbiy grafik ko'rsatkichi

95. Xromatografik cho'qqilar qanday o'lchamlar bilan xarakterlanadi?

- A. Maydon, balandligi, asosi va joylanishi bilan.
- V. Balandligi, asosi, joylanishi va kengligi bilan.
- S. Maydoni, balandligi, asosi, kengligi va joylanishi tartibi bilan xarakterlanadi.
- D. Maydoni, balandligi, kengligi va joylanishi tartibi bilan xarakterlanadi.

96. Xromatogrammadagi cho'qqining joylanish tartibi va uning kengligi qanday xarakterlanadi?

- A. Cho'qqining maydoni bilan xarakterlanadi.
- V. Xarorat ta'sirida taqsimlanish protsessiga bog'liqligi bilan xarakterlanadi.

S. Taqsimlanish protsessi tartibi bilan xarakterlanadi.
D. Kolonkadan chiqayotgan toza qo'zg'aluvchi gaz bilan xarakterlanadi.

97. Xromatografik cho'qqi asosi haqida tushincha bering.

A. Xromatografik cho'qqi asosi deb uning eng yuqori uchidan asosigacha masofaning yarim o'lchami tushiniladi.

V. Xromatografik cho'qqi asosi deb uning eng yuqori uchidan asosigacha bo'lgan masofa o'lchami tushiniladi.

S. Xromatografik cho'qqi asosi deb cho'qqi balandligining teng yarimidan cho'qqi konturiga qo'yilgan nuqtalar orasidagi masofa tushiniladi.

D. Xromatografik cho'qqi asosi deb nol chizig'i bo'ylab cho'qqi uchi tomon egilgan nuqtalar oralig'i o'tkazilgan tegma chiziq hosil qilgan bo'lak tushiniladi.

98. Moddalar ajralishining xarakterlovchi asosiy parametrlari nimadan iborat.

A. Ushlanish hajmi

V. Ushlanish masofasi

S. Cho'qqi maydoni

D. Ushlanish vaqti va masofasi

99. O'lik ushlanish vaqti haqida tushuncha bering.

A. Aniklanuvchi namuna kolonkaga kiritilganda xromatografik cho'qqi maksimumi hosil bulgungacha o'tgan vaqt

V. Shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumidan aniqlanuvchi namuna cho'qqisi maksimumigacha o'tgan vaqt

S. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan shimilmagan gaz cho'qqisi maksimumi hosil bo'lguncha o'tgan vaqt

D. Aniqlanuvchi namuna kolonkaga kiritilgandan xromatografik tekshiruv tugaguncha o'tgan vaqt

100. Taqsimlanish koeffitsienti (α) qanday hisoblanadi?

A. Ushlanish vaqtining ushlanish hajmiga nisbati sifatida $\alpha = tR_1/VR_2$

V. Ushlanish vaqtining ushlanish masofasiga nisbati sifatida $\alpha = tR_2/IR_1$

S. Ushlanish masofasini ushlanish vaqtiga nisbati sifatida $\alpha = IR_1/tR_2$

D. Ikki ajratiluvchi moddalar ushlanish hajmlari nisbati sifatida $\alpha = VR_1/VR_2$

3.5. FAN BO'YICHATALABALAR BILIMINI BAHOLASH VA NAZORAT QILISH MEZONLARI

Fan bo'yicha talabalar bilimini baholash va nazorat qilish me'zonlari.

Ushbu baholash me'zonlari O'zbekiston Respublikasi Oliy va o'rta maxsus ta'lim vazirining 2018 yil 5 iyun PQ 3775 sonli "Oliy ta'lim muassasalarida ta'lim sifatini oshirish va ularning mamlakatda amalga oshirilayotgan keng qamrovli islohotlarda faol ishtirok etishni ta'minlash bo'yicha qo'shimcha chora tadbirlar to'g'risida" qarorida belgilangan vazifalar ijrosini ta'minlash uchun qayta ishlab chiqilgan.

Fan bo'yicha talabalarining bilim saviyasi va o'zlashtirish darajasining Davlat ta'lim standartlariga muvofiqligini ta'minlash uchun quyidagi nazorat turlari o'tkaziladi:

joriy nazorat (JN) – talabaning fan mavzulari bo'yicha bilim va amaliy ko'nikma darajasini aniqlash va baholash usuli. Joriy nazorat fanning xususiyatidan kelib chiqqan holda laboratoriya mashg'ulotlarida og'zaki so'rov, test o'tkazish, suhbat, nazorat ishi, kollektivum, uy vazifalarini tekshirish va shu kabi boshqa shakllarda o'tkazilishi mumkin;

oraliq nazorat (ON) – semestr davomida o‘quv dasturining tegishli (fanlarning bir necha mavzularini o‘z ichiga olgan) bo‘limi tugallangandan keyin talabaning nazariy bilim va amaliy ko‘nikma darajasini aniqlash va baholash usuli. Oraliq nazorat har bir semestrda ikki marta o‘tkaziladi va shakli (yozma, og‘zaki, test va hokazo) o‘quv faniga ajratilgan umumiy soatlar hajmidan kelib chiqqan holda belgilanadi;

yakuniy nazorat (YN) – semestr yakunida muayyan fan bo‘yicha nazariy bilim va amaliy ko‘nikmalarni talabalar tomonidan o‘zlashtirish darajasini baholash usuli. Yakuniy nazorat asosan tayanch tushuncha va iboralarga asoslangan “Yozma ish” shaklida o‘tkaziladi.

Oliy ta‘lim muassasasi rahbarining buyrug‘i bilan ichki nazorat va monitoring bo‘limi rahbarligida tuzilgan komissiya ishtirokida YN ni o‘tkazish jarayoni muntazam ravishda o‘rganib boriladi va uni o‘tkazish tartiblari buzilgan hollarda, YN natijalari bekor qilinishi mumkin. Bunday hollarda YN qayta o‘tkaziladi. Talabaning bilim saviyasi, ko‘nikma va malakalarini nazorat qilishning reyting tizimi asosida talabaning fan bo‘yicha o‘zlashtirish darajasi ballar orqali ifodalanadi.

Fanlar bo‘yicha talabalarning semestr davomidagi o‘zlashtirish ko‘rsatkichi 100 ballik tizimda baholanadi.

Ushbu 100 ball baholash turlari bo‘yicha quyidagicha taqsimlanadi:

Ya.N.-30 ball, qolgan 70 ball esa J.N.-50 ball va O.N.-20 ball qilib taqsimlanadi.

Ball	Baho	Talabalarning bilim darajasi
86-100	A‘lo	Xulosa va qaror qabul qilish. Ijodiy fikrlay olish. Mustaqil mushohada yurita olish. Olgan bilimlarini amalda qo‘llay olish. Mohiyatini tushuntirish. Bilish, aytib berish. Tasavvurga ega bo‘lish
71-85	Yaxshi	Mustaqil mushohada qilish. Olgan bilimlarini amalda qo‘llay olish. Mohiyatini tushuntirish. Bilish, aytib berish. Tasavvurga ega bo‘lish.
55-70	Qoniqarli	Mohiyatini tushuntirish. Bilish, aytib berish Tasavvurga ega bo‘lish.
0-54	Qoniqarsiz	Aniq tasavvurga ega bo‘lmaslik. Bilmaslik.

Fan bo‘yicha saralash bali 55 ballni tashkil etadi. Talabaning saralash balidan past bo‘lgan o‘zlashtirishi reyting daftarchasida qayd etilmaydi.

Talabalarning o‘quv fani bo‘yicha mustaqil ishi joriy, oraliq va yakuniy nazoratlar jarayonida tegishli topshiriqlarni bajarishi va unga ajratilgan ballardan kelib chiqqan holda baholanadi.

Talabaning fan bo‘yicha reytingi quyidagicha aniqlanadi:

$$R = \frac{V \cdot O'}{100},$$

bu erda: V - semestrda fanga ajratilgan umumiy o‘quv yuklamasi (soatlarda);

O' -fan bo‘yicha o‘zlashtirish darajasi (ballarda).

Fan bo‘yicha joriy va oraliq nazoratlarga ajratilgan umumiy ballning 55 foizi saralash ball hisoblanib, ushbu foizdan kam ball to‘plagan talaba yakuniy nazoratga kiritilmaydi.

Joriy JN va oraliq ON turlari bo‘yicha 55 ball va undan yuqori ballni to‘plagan talaba fanni o‘zlashtirgan deb hisoblanadi va ushbu fan bo‘yicha yakuniy nazoratga qo‘yiladi.

Talabaning semestr davomida fan bo‘yicha to‘plagan umumiy bali har bir nazorat turidan belgilangan qoidalarga muvofiq to‘plagan ballari yig‘indisiga teng.

YaN turlari kalendar tematik rejaga muvofiq dekanat tomonidan tuzilgan reyting nazorat jadvallari asosida o‘tkaziladi. YaN semestrning oxirgi 2 haftasi mobaynida o‘tkaziladi.

JN va ON nazoratlarda saralash balidan kam ball to‘plagan va uzrli sabablarga ko‘ra nazoratlarda qatnasha olmagan talabaga qayta topshirish uchun, navbatdagi shu nazorat turigacha, so‘nggi joriy va oraliq nazoratlar uchun esa yakuniy nazoratgacha bo‘lgan muddat beriladi.

Talabaning semestrda JN va ON turlari bo‘yicha to‘plagan ballari ushbu nazorat turlari umumiy balining 55 foizidan kam bo‘lsa yoki semestr yakuniy joriy, oraliq va yakuniy nazorat turlari

bo'yicha to'plagan ballari yig'indisi 55 balldan kam bo'lsa, u akademik qarzidor deb hisoblanadi.

Talaba nazorat natijalaridan norozi bo'lsa, fan bo'yicha nazorat turi natijalari e'lon qilingan vaqtdan boshlab bir kun mobaynida fakultet dekaniga ariza bilan murojaat etishi mumkin. Bunday holda fakultet dekanining taqdimnomasiga ko'ra rektor buyrug'i bilan 3 (uch) a'zodan kam bo'lmagan tarkibda apellyasiya komissiyasi tashkil etiladi.

Apellyasiya komissiyasi talabalarining arizalarini ko'rib chiqib, shu kunning o'zida xulosasini bildiradi.

Baholashning o'rnatilgan talablar asosida belgilangan muddatlarda o'tkazilishi hamda rasmiylashtirilishi fakultet dekani, kafedra mudiri, o'quv-uslubiy boshqarma hamda ichki nazorat va monitoring bo'limi tomonidan nazorat qilinadi.

Talabaning mustaqil ishi (TMI)

Talabaning mustaqil ishi O'zR Oliy va o'rta maxsus ta'lim vazirligining 09.08.2018 yil 19-2018 sonli buyrug'i va institut rektori tomonidan 2018 yil 3 oktyabrda tasdiqlangan "Talaba mustaqil ishini tashkil etish, nazorat qilish va nazorat tartibi to'g'risida Nizom" asosida tashkil etiladi.

Mustaqil ish bo'yicha belgilangan maksimal reyting balining 55%dan kam ball to'plagan talaba fan bo'yicha yakuniy nazoratga qo'yilmaydi.

Talabaning mustaqil ishi kafedra arxivida ro'yxatga olinadi va 2 yil mobaynida saqlanadi.

Fanlardan talaba mustaqil ishining kafedra nizomi ishlab chiqiladi. Bunda talaba mustaqil ishining shakl va turlari, har bir ish turiga soatlarni taqsimlash va aniq nazorat mezonlari ishlab chiqiladi.

TMI ning o'zlashtirishi quyidagicha baholanadi. Maksimal ball 5.

Ballar	Baho
4,31-5,0	"5" a'lo
3,51-4,30	"4" yaxshi
3,00-3,45	"3" qoniqarli
3,00 dan kam	"2" qoniqarsiz

Talabalar ON dan to'playdigan ballarning namunaviy mezonlari

Talabani ON 20 balli reyting tizimi bo'yicha bir semestrda ikki marotaba o'tkaziladi. ON kafedra majlisining qaroriga muvofiq bir semestrda 2 marotaba (o'quv yilida 4 marta) yozma va test shaklida o'tkaziladi.

O'zlashtirish	ballda
A'lo	17,2 – 20
Yaxshi	14,2 – 17
Qoniqarli	11 – 14,1
Qoniqarsiz	11 dan kam

ON ga laboratoriya mashg'ulotlaridan qarzi bo'lmagan talabalar qo'yiladi.

Talabalar JN dan to'playdigan ballarning namunaviy mezonlari

JB da fanning xar bir mavzusi bo'yicha talabani bilimi va amaliy ko'nikmalarini aniqlab borish ko'zda tutiladi va u amaliy, seminar yoki laboratoriya mashg'ulotlarida amalga oshiriladi. Baxolashda talabaning bilim darajasi, amaliy mashg'ulot materiallarini o'zlashtirishi, nazariy material muhokamasida va ta'limning interaktiv uslublarida qatnashishining faollik darajasi, shuningdek amaliy bilim va ko'nikmalarini o'zlashtirish darajasi (ya'ni nazariy va amaliy) yondoshuvlar) xisobga olinadi.

Har bir darsning maksimal 100 ballda qo'yidagicha baholanadi.

O'zlashtirish	ballda
----------------------	---------------

A'lo	86-100
Yaxshi	71-85
Qoniqarli	56-70
Qoniqarsiz	56 dan kam

Talabalar YN dan to'playdigan ballarning namunaviy mezonlari

Yakuniy nazorat "Yozma ish" shaklida belgilangan bo'lsa, u holda yakuniy nazorat 30 ballik "Yozma ish" variantlari asosida o'tkaziladi.

YN ga mazkur kursni muvoffaqiyatli yakunlagan, hamda JN va ON dan 55% dan yuqori ball to'plagan talabalar qo'yiladi. Institut ilmiy kengashining qaroriga muvofiq YN "yozma" shaklida o'tkaziladi va 30 ball asosida baholanadi.

17 dan kam		qoniqarsiz
17 dan	-	21 gacha qoniqarli
22 dan	-	25 gacha yaxshi
26 dan	-	30 gacha a'lo

Talabalar reyting ko'rsatkichlari oliy ta'lim muassasaning Ilmiy kengashida muntazam ravishda muhokama etib boriladi va ular bo'yicha tegishli qarorlar qabul qilinadi.

Baholash mezoni 2019 yil 26.06 №21 kafedra yig'ilishida tasdiqlangan.

**O'ZBEKISTON RESPUBLIKASI SOG'LIQNI SAQLASH VAZIRLIGI
TOSHKENT FARMATSEVTIKA INSTITUTI**

FARMATSEVTIK KIMYO KAFEDRASI.



**TALABALAR BILJINI NAZORAT QILISH VA BAHOLASHNING
REYTING MEZONI**

TOSHKENT-2021

Toshkent fannalsevtika instituti tomonidan ishlab chiqilgan nizom O'zbekiston Respublikasi adliya vazirligi tomonidan 2009 yil 10 iyulda ro'yxaldan o'tkazilgan (ro'yxat raqami 1981) hamda o'zgartirish va qo'shimchalar kiritilgan (O'zbekiston Respublikasi qonin hujjallari to'plami, 2009 y, 28-son, 330-modda; 2010 y., 34-son, 297-modda; 2013 y., 50-son, 659-modda; 2014 y., 52-son, 646-modda) "Oliy ta'lim muassasalarida talabalar bilimini nazorat qilish va baholashning reyting tizimi to'g'risidagi nizom" asosida ishlab chiqilgan.

"FARMATSEVTİK KIMYO" KAEEDRASIDA TALABALAR BILIMINI NAZORAT QILISH VA BAHOLASINING REYTING MEZONI

I. Fan bo'yicha talabalar bilimini baxolash va nazorat qilish niezonlari

Talabalar bilimini nazorat qilish JN. ON va YaN turlarini o'tkazish orqali amalga oshiriladi.

JN semestr davomida ishchi o'quv dasturda keltirilgan mavzular bo'yicha talabaning bilim va amaliy ko'nikmalarini baholash maqsadida o'quv mashg'ulotlari davomida 20 marta o'tkaziladi. Fan semestr davomida xaftasiga 4 akademik soatdan kam (3soat) o'qitilishini hisobga olib, fan bo'yicha ON turi o'tkazilmaydi.

YaN yozina ish shaklida o'tkaziladi. YaN turi o'quv-uslubiy bo'lim yoki fakultet dekanati tomonidan ishlab chiqiladigan hamda o'quv va tarbiyaviy ishlari bo'yicha prorektor tasdiqlaydigan Yakuniy nazorat turlarini o'tkazish jadvaliga muvofiq o'tkaziladi.

Talabalar bilimini baholash niezonlari

Talabalarning bilimi quyidagi mezonlar asosida baholanadi:

- talaba mustaqil xulosa va qaror qabul qiladi, ijodiy fikrlay oladi, mustaqil mushohada yuritadi, olgan bilimini amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatini tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 5 (a'lo) baho;

- talaba mustaqil mushohada yuritadi, olgan bilimini amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatni tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 4 (yaxshi) baho;

- talaba olgan bilimini amalda qo'llay oladi, fanning (mavzuning) mohiyatni tushunadi, biladi, ifodalay oladi, aytib beradi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega deb topilganda — 3 (qoniqarli) baho;

- talaba fan dasturini o'zlashtirmagan, fanning (mavzuning) mohiyatini tushunmaydi hamda fan (mavzu) bo'yicha tasavvurga ega emas deb topilganda — 2 (qoniqarsiz) baho bilan baholanadi.

- Talabalar bilimini baholash

Talabalar bilimini baholash 5 baholik tizimda amalga oshiriladi.

YaN turlarini o'tkazish, shuningdek talabalarning bilimini baholash tegishli kafedra mudiri tomonidan tashkil etiladigan komissiya tomonidan amalga oshiriladi. Institutda YaN turlarini o'tkazilishi uchun maxsus Ishchi guruh shakllantiriladi. Ma'ruza, amaliy mashg'ulotlarini qoldirgan yoki JN qoniqarsiz baho olgan va ularni qayta topshirmagan talaba YaNga kiritilmaydi.

YaN turiga kirmagan yoki kiritilmagan, shuningdek ushbu nazorat turi bo'yicha «2» (qoniqarsiz) baho bilan baholangan talaba akademik qarzdor hisoblanadi. Talaba uzrli sabablarga ko'ra oraliq va (yoki) YaN turiga kirmagan taqdirda ushbu talabaga tegishli nazorat turini qayta loqshirishga fakultet dekanining farmoyishi asosida ruxsat beriladi.

Baholash natijalarini qayd qilish

Talabalar bilimini baholash tegishli fan bo'yicha professor-o'qituvchi tomonidan talabalarning fanlarni o'zlashtirishini hisobga olish jurnalida qayd etib boriladi.

Professor-o'qituvchi jurnalda talabaga qo'yilgan baholarni shu kunning o'zida qayd etib boradi. Agar talabaning bilimini baholash yozma ish shaklida o'tkazilgan bo'lsa, bunda professor-o'qituvchi talabalarning natijalarini 3 kundan ko'p bo'lmagan muddatda jurnalga qayd etishi lozim.

Nazorat turi bo'yicha talabaning bilimi «3» (qoniqarli) yoki «4» (yaxshi) yoxud «5» (a'lo) baho bilan baholanganda, nazorat turini qayta topshirishga yo'l qo'yilmaydi.

Talaba nazorat turi o'tkazilgan vaqtda uzrli sabablarsiz qatnashmagan hollarda jurnalga «0» belgisi yozib qo'yiladi.

Fan bo'yicha o'zlashtirish ko'rsatkichi JN va YaNlarning o'rtacha arifmetik qiymatidan kelib chiqadi va butun sonlarda ifodalanadi. Bunda talaba har bir nazorat turidan kamida 3 “qoniqarli” baho olishi lozim.

Talabalarning nazorat turlarida olgan baholarni jurnalda rasmiylashtirish quyidagicha amalga oshiriladi:

Joriy nazorat o'rtacha arifmetik qiymatini hisoblash:

JN barcha baholari yig'indisiga mustaqil ta'lim

bahosi qo'shiladi va darslar soni+mustaqil ta'lim yig'indisiga bo'linadi

va qiymatlar zarur hollarda yaxlitlanadi:

JN (baholar yig'indisi) + TMI (baho): $(20* + 1** = 21) = 4,7$ yaxlitlanadi - 5

JN (baholar yig'indisi) + TMI(baho): $(20* + 1** = 21) = 4,4$ yaxlitlanadi - 4

* - dars soni; ** - mustaqil ta'lim.

Talabalarga semester davomida 1 marta ON o'tkaziladi.

Talabaning tugallangan fan bo'yicha o'zlashtirish ko'rsatkichini aniqlash uchun JN, ON va YaNlarning o'rtacha arifmetik qiymatlari yig'indisini 3 ga bo'linadi va qiymatlar zarur hollarda yaxlitlanadi:

$5 (JN) + 5 (ON) + 4 (YaN) = 14:3 = 4.6$ yaxlitlanadi - 5

$4 (JN) + 3 (ON) + 3 (YaN) = 11:3 = 3.3$ yaxlitlanadi - 3

Talabaning tugallangan fan bo'yicha nazorat natijalarining o'rtacha arifmetik qiymati $((JN+YaN):2)$ “baholash qaydnomasi”da (8-shakl) YaN ustuniga qayd etiladi va talabalarga stipendiya tayinlashda asos bo'ladi.

YaN turi bo'yicha talabaning bilimi “2” (qoniqarsiz) baho bilan baholangan yoki jurnalga “0” belgisi yozib qo'yilgan hollarda ushbu baho yoki belgi talabaning baholash daftariga yozilmaydi.

Kafedra mudiri, f.f.n.

Olimov X O

VI. ADABIYOTLAR RO'YXATI

Asosiy adabiyotlar

1. Q.A. Ubaydullayev, A.A. Muxitdinov Dori vositalarini fizik - kimyoviy tahlil usullari, O'quv qo'llanma. –T.: TFI bosmaxonasi, –2019. 294 b.
2. A.N. Yunusxo'jaev, Q.A. Ubaydullaev va b. Dori vositalarining zamonaviy tahlil usullari. Darslik –T.: «EXTREMUM PRESS» – 2010, 640 b.
3. S.N.Быковskiy Rukovodstvo po instrumentalnym metodom issledovaniy pri razrabotke i ekspertize kachestva lekarstvennykh preparatov, —M.: Izd-vo Farmkontrakt, – 2014, 697 s.
4. A.I.Slivkin, V.F.Selemenev, E.A.Suxoverxova Fiziko-ximicheskie i biologicheskie metody otsenki kachestva lekarstvennykh sredstv. Uchebnoe posobie / Pod red. V. G. Artyuxova, A. I. Slivkina. — Voronej: Izd-vo VGU, –1999. 368 s.

Qo'shimcha adabiyotlar

5. Mirziyoev Sh.M. Erkin va farovon demokratik O'zbekiston davlatini birgalikda barpo etamiz. Toshkent, "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 29 b.
6. Mirziyoev Sh.M. Qonun ustuvorligi va inson manfaatlarini ta'minlash yurt taraqqiyoti va xalq farovonligining garovi. "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 47 b.
7. Mirziyoev Sh.M. Buyuk kelajagimizni mard va olijanob xalqimiz bilan birga quramiz. "O'zbekiston" NMIU, 2017. – 485 b.
8. O'zbekiston Respublikasi Prezidentining 2017 yil 7 fevraldagi "O'zbekiston Respublikasini yanada rivojlantirish bo'yicha harakatlar strategiyasi to'g'risida" gi PF-4947-sonli Farmoni. O'zbekiston Respublikasi qonun hujjatlari to'plami, 2017 y., 6-son, 70-modda.
9. T.A.Nesterova Ispolzovanie kolorometrii i fotokolorometrii v analize lekarstvennykh sredstv. Prakticheskoe rukovodstvo —Voronej.: Izd-vo 2003-35s
10. A.Kar Pharmaceutical drug analysis. New Delhi.2005-434p
11. A.F. Douglas, J.R. Stanley Principles of Instrumental Analysis. Canada. 2007-1057 p
12. . B.D Minstry. A handbook of spektroskopie data chemistry. Oxford. 2009-200p
13. The United States Pharmacopeia (USP) 32, - NF 27, 2009
14. D.L. Pavia G.M. Lampman. Introduction to spectroscopy. Bellingham. Washington. 2007-200p
15. M.I.Alixodjaeva, V.A.Popkov., Fiziko-ximicheskie i ximiko-toksikologicheskie issledovanie nekotorykh diurniticheskix lekarstvennykh sredstv. Uchebnoe posobie, M.: Izdatelstvo Moskovskogo universiteta 2008, - 247 s.
16. Gosudarstvennaya farmakopeya XI vypusk tom I –M. 1987 g.-336s
17. Gosudarstvennaya farmakopeya XII vypusk tom II –M 1990 g.-398s

Internet saytlari

18. www.wikipedia.com
19. www.pharmapractice.ru
20. www.remedium.ru
21. www.pharmvestnik.ru
22. www.biotehnolog.ru
23. www.Ziyonet.uz
24. www.edy.uz
25. www.nuuz.uz
26. www.bimm.uz